

► **Autosampler 3950**
für Injektionsdrücke bis 700 bar

Benutzerhandbuch

V1511



Inhaltsverzeichnis

Hinweis Lesen Sie **unbedingt** zu Ihrer eigenen Sicherheit das Handbuch und beachten Sie **immer** die auf dem Gerät und im Handbuch angegebenen Warn- und Sicherheitshinweise!

Bestimmungsgemäße Verwendung	7
Geräteübersicht	7
Leistungsübersicht	8
Standard	8
Optionale Gerätevarianten	8
Eluenten	9
Spüllösungsmittel	9
Sicherheit für Anwender	10
Definition möglicher Personen- oder Sachschäden	11
Symbole und Kennzeichen	12
Installation	13
Lieferumfang	13
Lieferumfang prüfen	13
Auspacken und Aufstellen	14
Verpackung und Transport	14
Kontakt zur Kundenbetreuung	14
Anforderungen an den Einsatzort	14
Platzbedarf	14
Auspacken	15
Inbetriebnahme	16
Geräte-Vorderseite	16
Geräte-Vorderseite mit Probenraum	18
Geräte-Rückseite	18
Lokales Netzwerk und Autokonfiguration	19
Gerät über ein lokales Netzwerk (LAN) an den Computer anschließen	19
LAN-Eigenschaften einstellen	19
Geräte zum LAN verkabeln	20
Router einstellen	20
LAN in das Firmennetzwerk integrieren	21
Mehrere Systeme in einem LAN separat steuern	21
Fehlerbehebung für Verbindungsprobleme	21
PASA™ Schleifen-Injektionsprinzip	23
Injektionsmethoden	23
Vollschleifen-Injektion	24
Luftsegment bei Vollschleifen-Injektion	26
Partielle Schleifenfüllung	27
Mikroliter Pick-up Injektion	31
Luftsegment mit µl Pick-up Injektionen	33

µl Pick-up Injektionen mit 84+3	34
Luftsegment mit µl Pick-up Injektion 84+3	35
84+3-Probentablett	37
µl Pick-up-Parameter für den 84+3-Probentablett	38
Details zur Programmierung für die 84+3 Injektionsmethode	39
Luftnadeln	40
Standard Luftnadel	40
Geeignete Luftnadel auswählen	41
Berechnungsbeispiel Luftnadel	43
Handhabung der Probenfläschchen	43
Mischen und Verdünnen	44
Beispiel: Hinzufügen	44
Beispiel: Mischen	45
Probenpositionen in der Misch- routine	45
Bearbeitung in Spalten	45
Bearbeitung in Reihen	46
Parameter für die Mischmethode mit dem 84+3-Probentablett	46
Details zur Programmierung für die 84+3 Mischmethode	47
Kapillar- und Schlauchanschlüsse	48
Injektionsventil anschließen	48
Spritze anschließen	49
Schlauchführung für Spüllösungsmittel	49
Ableitungsschläuche anschließen	50
PEEK-Anschlüsse	50
Verbindung des Autosamplers mit anderen Geräten	51
Steuerung des Autosamplers mit Chromatografie-Software	51
Parameter des Autosamplers prüfen und einstellen	51
Konfigurationsfenster ClarityChrom®	51
Autosampler Geräte-Software	52
Waschen des Systems	52
Systemspülung mit Autosampler 3950 Service Manager	52
I/O-Anschluss	53
TTL-Eingänge definieren	53
Kontaktschlussausgang definieren	54
Belegung I/O-Anschluss (9-polig)	54
Gerätetest	55
Testintervall	55
Geräte und Komponenten für den Test	55

1. Reproduzierbarkeit des Probenvolumens	56
Standardeinstellung des Autosamplers	56
Methoden-Parameter der Pumpe	56
Methoden-Parameter des Autosamplers	56
Methoden-Parameter des UV-Detektors	56
Wiederholungsläufe des Autosamplers konfigurieren	56
Wiederholungsläufe starten	56
Einzelchromatogramme auswerten	57
Formel zur Ermittlung des arithmetischen Mittelwerts	57
2. Probenverschleppung	57
Sequenz mit 6 Zeilen erstellen	57
Einzelchromatogramme auswerten	58
Formel zur Ermittlung der Probenverschleppung	58
3. Linearität	58
Einzelchromatogramme auswerten	58
Formel zur Ermittlung des Korrelationskoeffizienten	59
4. Mischtest	59
Sequenz mit 2 Zeilen erstellen	59
Fläschchen für Verdünnung positionieren	60
Einzelchromatogramme auswerten	60
Archivierung	60
Test Report	61
Operation Qualification (OQ) mit ChromGate®	62
Operation Qualification Report	63
Wartung und Pflege	64
Kontakt zur Kundenbetreuung	64
Wartungsvertrag	64
Was darf ein Anwender am Gerät warten?	64
Leckagen an den Kapillarverschraubungen	64
Sicherungen wechseln	65
Wechsel des Injektionsventils und der Rotordichtung	65
Injektionsventil und Rotordichtung ausbauen	66
Injektionsventil einbauen	67
Systemspülung	67
Probenschleife wechseln	68
Probennadel wechseln	69
Luftnadel wechseln	70
Spritze wechseln	71
Spritzenkolben oder Kolbenspitze wechseln	72
Spritzenventil wechseln	73
Gerät reinigen und pflegen	74
Entsorgung.	74

Fehlerbehebung (<i>Troubleshooting</i>)	75
Gerätefehler	75
Ventil prüfen	75
Software-Fehler	75
Analytische Fehler	75
Systemmeldungen von ChromGate®	78
Technische Daten	91
Standardversion	91
Lieferprogramm	92
Gerät und Zubehör	92
Nachbestellungen	92
Zubehör 84+3	93
Rechtliche Hinweise	94
Gewährleistungsbedingungen	94
Transportschäden	94
Konformitätserklärung	95
Abkürzungen und Fachbegriffe	96
Abbildungsverzeichnis	97
Stichwortverzeichnis	99

Bestimmungsgemäße Verwendung

Hinweis Das Gerät ausschließlich in Bereichen der bestimmungsgemäßen Verwendung einsetzen. Andernfalls können die Schutz- und Sicherheitseinrichtungen des Geräts versagen.

Geräteübersicht

Autosampler 3950 Der Autosampler_3950 wurde für chromatografische Analysen im Hochleistungsbereich (HPLC) entwickelt. Das Injektionsventil garantiert die Präzision des Injektionsvolumens bis maximal 700 bar. Eine Variante des Geräts hat eine optionale Probentemperaturierung. Das Gerät zeichnet sich durch schnelle Probeninjektion, schnelle Spülzyklen und hohe Probendurchsätze aus. Der Autosampler wird in der Regel als Basis-Element in ein HPLC-System eingefügt.

Legende

- ① Öffnung für die Zuleitung der Kapillaren
- ② LED-Statusanzeige
- ③ Abnehmbare Frontverkleidung
- ④ Nach innen verschiebbare Glastür
- ⑤ Probentemperaturierung mit Kühlungsbox im Innern des Autosamplers
- ⑥ Schlauchanschlüsse

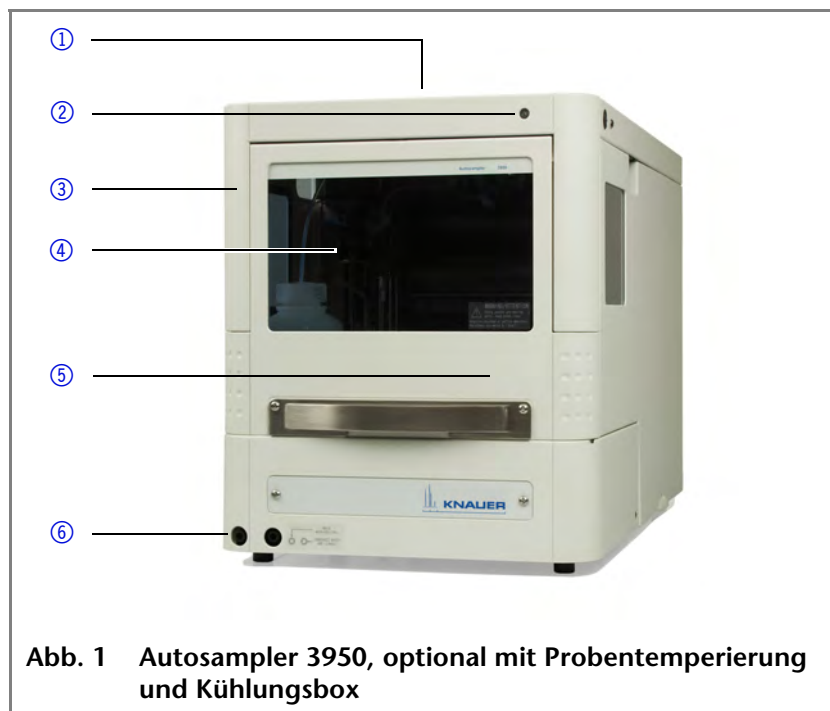


Abb. 1 Autosampler 3950, optional mit Probentemperaturierung und Kühlungsbox

Einsatzbereich Im Laborbetrieb von Universitäten, Forschungseinrichtungen und Routinelaboren von Industrie und verarbeitendem Gewerbe ist ein Einsatz in folgenden Bereichen möglich:

- Biochemische Analytik
- Chemische Analytik
- Lebensmittelanalytik
- Pharmazeutische Analytik
- Umweltanalytik

Leistungsübersicht

Standard

- Injektionsventil für Injektionsdrücke bis maximal 700 bar
- Injektionsvolumen für HPLC maximal 5000 µl
- Probentemperierung 4-40 °C¹
- Flexible Bestückung mit Mikrotiterplatten oder Standard-Probenplatten
- Maximale Probenkapazität 768 Wells oder 96 Standard-Autosampler-Vials
- Injektionszyklus < 60 s, 60 s inkl. Reinigung
- Vollsleifen- oder partielle Schleifen-Injektion oder Mikroliter Pick-up-Injektion
- Schnell austauschbares Injektionsventil
- Probenprioritätsfunktion
- Hochauflösende Spritzensteuerung

Optionale Gerätevarianten

Es stehen werkseitig zwei Varianten des Geräts zur Verfügung:

- Autosampler ohne Probentemperierung
- Autosampler mit Probentemperierung

1) Gültig für den Autosampler 3950 mit Probentemperierung

Eluenten

Schon die Zugabe kleiner Mengen anderer Substanzen wie Additive, Modifier oder Salze können die Beständigkeit der Materialien beeinflussen.

Hinweis Die Liste der geeigneten Eluenten wurde anhand einer Literaturrecherche erstellt und ist eine Empfehlung. In Zweifelsfällen kontaktieren Sie die technische Kundenbetreuung.

Geeignete Eluenten	Bedingt geeignete Eluenten	Nicht geeignete Eluenten
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Aceton ▪ Acetonitril ▪ Benzol ▪ Chloroform ▪ Essigsäureethylester ▪ Ethanol ▪ Hexan/Heptan ▪ Isopropanol ▪ Kohlendioxid (flüssiges 99,999% CO₂) ▪ Methanol ▪ Phosphatpufferlösungen (0,5 M) ▪ Toluol ▪ verdünnte ammoniakalische Lösung ▪ verdünnte Essigsäure (10-50%) bei 25° C ▪ verdünnte Natronlauge (1M) ▪ Wasser 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Dimethylsulfoxid (DMSO) ▪ leicht flüchtige Eluenten ▪ Methylenchlorid ▪ Tetrahydrofuran (THF) ▪ verdünnte Phosphorsäure 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Halogenkohlenwasserstoffe, z. B. Freon® ▪ konzentrierte mineralische und organische Säuren ▪ konzentrierte Laugen ▪ Partikelhaltige Eluenten ▪ Perfluorierte Eluenten, z. B. Fluorinert® FC-75, FC-40 ▪ Perfluorierte Polyether, z. B. Fomblin®

Spüllösungsmittel

Keine Salz- oder Pufferlösung als Waschflüssigkeit verwenden.

Sicherheit für Anwender

Berufsgruppe Das Benutzerhandbuch richtet sich an Personen, die mindestens eine Ausbildung zum Chemielaboranten oder einen vergleichbaren Ausbildungsweg abgeschlossen haben.

Folgende Kenntnisse werden vorausgesetzt:

- Grundlagenkenntnisse der Flüssigkeitschromatografie
- Kenntnisse über Substanzen, die nur bedingt in der Flüssigkeitschromatografie eingesetzt werden dürfen
- Kenntnisse über die gesundheitlichen Risiken beim Umgang mit Chemikalien

Gehören Sie nicht zu dieser oder einer vergleichbaren Berufsgruppe, dürfen Sie die in diesem Benutzerhandbuch beschriebenen Arbeiten auf keinen Fall ausführen.

- Was ist zu beachten?**
- Alle Sicherheitshinweise im Benutzerhandbuch
 - Die Umgebungs-, Aufstell- und Anschlussbestimmungen im Benutzerhandbuch
 - Nationale und internationale Vorschriften für das Arbeiten im Labor
 - Vom Hersteller empfohlene oder vorgeschriebene Originalersatzteile, Werkzeuge und Eluenten
 - Good Laboratory Practice (GLP)
 - Zur Methodenentwicklung und Validierung von Geräten: Protocol for the adoption of Analytical Methods in the Clinical Chemistry Laboratory, American Journal of Medical Technology, 44, 1, pages 30-37 (1978)
 - Unfallverhütungsvorschriften der Unfallkrankenkassen für Labortätigkeiten

Weitere für Ihre Sicherheit wichtige Themen sind in der folgenden Tabelle alphabetisch sortiert:

Thema	Erläuterungen
Dekontamination	Die Kontamination von Geräten mit toxischen, infektiösen oder radioaktiven Substanzen sind während des Betriebs, bei der Reparatur, beim Verkauf als auch bei der Entsorgung eine Gefahr für alle Personen. Alle kontaminierten Geräte müssen fachgerecht dekontaminiert werden. Alle zur Dekontamination verwendeten Materialien oder Flüssigkeiten müssen getrennt gesammelt und fachgerecht entsorgt werden.
Entflammbarkeit	Organische Eluenten sind leicht entflammbar. Keine offenen Flammen in der Nähe des Geräts betreiben, da Kapillaren sich aus der Verschraubung lösen können, und dann eventuell leicht entflammbarer Eluent austritt.
Lecks	Regelmäßige Sichtkontrolle des Anwenders auf Undichtigkeit im System wird empfohlen.

Thema	Erläuterungen
Flaschenwanne	Es besteht die Gefahr eines Stromschlags, falls Eluenten oder andere Flüssigkeiten in das Innere des Geräts gelangen. Deshalb immer eine Flaschenwanne verwenden.
Flüssigkeitsleitungen	Kapillare und Schläuche so verlegen, dass beim Auftreten von Lecks austretende Flüssigkeiten nicht in darunter angeordnete Geräte eindringen können.
Steckdosenleiste	Beim Anschluss von mehreren Geräten an eine einzige Steckdosenleiste immer die maximal zulässige Stromaufnahme der Geräte beachten.
Netzkabel	Beschädigte Netzkabel dürfen nicht für den Anschluss der Geräte an das Stromnetz benutzt werden.
Selbstentzündungstemperatur	Ausschließlich Eluenten verwenden, die unter normalen Raumbedingungen eine Selbstentzündungstemperatur höher als 150 °C haben.
Stromversorgung	Geräte dürfen nur an zugelassene Spannungsquellen angeschlossen werden, deren Spannung mit der zulässigen Spannung des Geräts übereinstimmt.
Toxizität	Organische Eluenten sind ab einer bestimmten Konzentration toxisch. Arbeitsraum immer gut belüften! Beim Arbeiten am Gerät Schutzhandschuhe und Schutzbrille tragen!

Wo darf das Gerät nicht eingesetzt werden?

Das Gerät darf ohne Explosionsschutz nicht in explosionsgefährdeten Bereichen betrieben werden. Weitere Informationen erhalten Sie von der technischen Kundenbetreuung.

Gerät sicher außer Betrieb nehmen

Das Gerät lässt sich jederzeit durch Ausschalten am Netzschalter oder durch Lösen des Netzanschlusses vollständig außer Betrieb nehmen.

Gerät öffnen






Gerät ausschließlich von der technischen Kundenbetreuung des Herstellers oder einer autorisierten Person öffnen lassen.

Definition möglicher Personen- oder Sachschäden

Möglichen Gefahren, die von einem Gerät ausgehen, werden in dem vorliegenden Benutzerhandbuch in Personen- oder Sachschäden unterschieden.

Art des Schadens	Kategorie	Erläuterungen
Personen- und Sachschäden	GEFAHR!	Lebensgefahr oder sehr schwere Verletzungen sind möglich.
	WARNUNG!	Schwere bis mittlere Verletzungen sind möglich.
	VORSICHT!	Leichte bis sehr leichte Verletzungen sind möglich. Ein Defekt des Geräts ist möglich.

Symbole und Kennzeichen

	Symbol	Bedeutung
Konformitätszeichen		CE-Kennzeichnung für Geräte, die geltende EU-Richtlinien (Conformité Européenne) erfüllen und dies durch eine Konformitätserklärung des Herstellers bestätigen
Warnzeichen		Gefährdung des Rückens beim Heben oder Tragen von schweren Lasten
		Gefährdung durch elektrostatische Entladung
		Gefährdung der Hände durch Stichverletzungen
Gebotszeichen		Schutzhandschuhe tragen.

Installation

Lieferumfang

Hinweis Ausschließlich Original-Teile und Original-Zubehör sowie Original-Ersatzteile von KNAUER oder einer von KNAUER autorisierten Firma verwenden.

Lieferung	Autosampler und 500 µl Spritze	<input type="checkbox"/>
	Benutzerhandbuch deutsch/englisch	<input type="checkbox"/>
	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Kabel: <ul style="list-style-type: none"> ▪ Netzkabel ▪ Netzkabel ▪ I/O-Schnittstellenkabel, 9-polig 	<input type="checkbox"/>
	CD Autosampler 3950 Service Manager	<input type="checkbox"/>
Beipack	Probenschleife, 10 µl und 100 µl	<input type="checkbox"/>
	PTFE-Schlauch, 300 cm Länge	<input type="checkbox"/>
	Silikon Ableitungsschlauch, 200 cm	<input type="checkbox"/>
	2 x Probenplatte für 48 Vials, 1,5 ml	<input type="checkbox"/>
	5 x Mikrotiterplatte 96 Wells	<input type="checkbox"/>
	2 x 2,5 A Sicherungen	<input type="checkbox"/>
	1 x Waschflüssigkeitsflasche	<input type="checkbox"/>
	Optional: Probentemperierung	<input type="checkbox"/>

Lieferumfang prüfen

1. Gerät und Beipack auf Vollständigkeit prüfen.
2. Wenn ein Teil fehlt, die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.

Auspacken und Aufstellen

Verpackung und Transport

Das Gerät wird ab Werk sorgfältig und sicher für den Transport verpackt.

Hinweis Karton auf Transportschäden prüfen. Im Fall einer Beschädigung die technische Kundenbetreuung kontaktieren und den Spediteur informieren.

Kontakt zur Kundenbetreuung

Die technische Kundenbetreuung ist auf folgenden Wegen zu erreichen:

Telefon +49 30 809727-111

Fax +49 30 8015010

E-Mail support@knauer.net

Anfragen können in Englisch oder Deutsch gestellt werden.

Anforderungen an den Einsatzort

Anforderungen Folgende Anforderungen müssen bei der Wahl des Einsatzortes berücksichtigt werden:

- vor starkem Luftzug schützen
- Gewicht des Autosamplers 21 kg (mit Probenentperierung)

Abmessungen 300 × 377 × 577 mm
(Breite x Höhe x Tiefe)

- Stromversorgung 100–240 V DC
- Luftfeuchtigkeit < 90 %, nicht kondensierend
- Temperatur 4–40 °C
39,2–104 °F

VORSICHT! Gerätedefekt durch Überhitzung möglich!

Gerät vor Sonneneinstrahlung schützen.

Raum immer gut durchlüften.

Auf der Rückseite 30 cm Platz für die Luftzirkulation am Lüfter lassen.

Platzbedarf

Seitlicher Abstand zu weiteren Geräten:

- Mindestens 5 cm, wenn auf einer Seite ein weiteres Gerät aufgestellt wird.

- Mindestens 10 cm, wenn auf beiden Seiten ein weiteres Gerät aufgestellt wird.

Auspacken



WARNUNG! Verletzungen des Rückens beim Anheben oder Tragen des Geräts möglich! Um Verletzungen vorzubeugen, heben und tragen Sie das Gerät am besten mit einer zweiten Person zusammen.

Karton und Verpackung sorgfältig lagern. Beiliegende Packliste für spätere Nachbestellungen sicher aufbewahren.

Werkzeug Cuttermesser

- Vorgehensweise**
1. Verpackung so aufstellen, dass die Schrift am Etikett der Kartonseite richtig herum steht. Klebeband mit einem Cuttermesser durchtrennen. Verpackung öffnen.
 2. Schaumstoffauflage abheben. Zubehörteile und Handbuch herausnehmen.
 3. Folie von den eingeschweißten Zubehörteilen abziehen oder Zubehörteile aus der Tüte nehmen. Lieferumfang prüfen. Im Fall einer unvollständigen Lieferung die technische Kundenbetreuung kontaktieren.
 4. Gerät von unten umfassen und aus der Verpackung heben.
 5. Schaumstoffteile vom Gerät abnehmen.
 6. Gerät auf Transportschäden prüfen. Im Fall einer Beschädigung die technische Kundenbetreuung kontaktieren.
 7. Gerät am Aufstellort platzieren.
 8. Klebestreifen an der Tür des Autosamplers entfernen, die als Transportschutz angebracht wurden.

Inbetriebnahme

Hinweis Vor der ersten Inbetriebnahme des Autosamplers etwa eine Stunde warten, bis sich die Gerätetemperatur an die Umgebungstemperatur angepasst hat.

Autoinjektionssystem Die Geschwindigkeit des Autoinjektionssystems wurde erhöht, um die Anforderungen für die UHPLC zu erfüllen. Stichverletzungen durch hohe Geschwindigkeiten des Autoinjektionssystems sind deshalb bei unsachgemäßer Handhabung möglich!

Geräte-Vorderseite

Die Tür des Autosamplers lässt sich waagrecht in den Innenraum des Geräts schieben. Die Frontverkleidung lässt sich komplett entfernen. Zum Auswechseln der Probenplatten lässt sich die Kühlabdeckung herausziehen.



VORSICHT! Stichverletzungen bei offener oder fehlender Frontverkleidung möglich!
Schließen Sie die Frontverkleidung, während der Autosampler in Betrieb ist.

Legende

① LED-Statusanzeige



Abb. 2 Geräte-Vorderseite

Tür öffnen Die Tür mit beiden Händen an den seitlichen ① Griffpositionen anfassen und öffnen. Wie in der Abbildung gezeigt, die Tür in den Innenraum schieben.

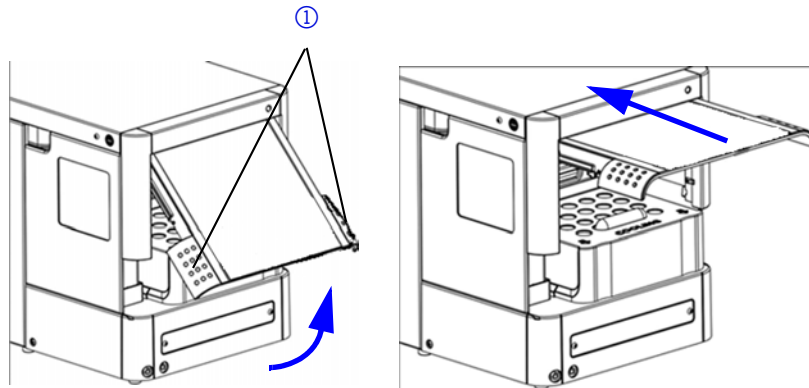


Abb. 3 Tür in den Innenraum schieben

Frontverkleidung entfernen Seitliche Druckknöpfe ① gleichzeitig drücken und die Frontverkleidung herausziehen.

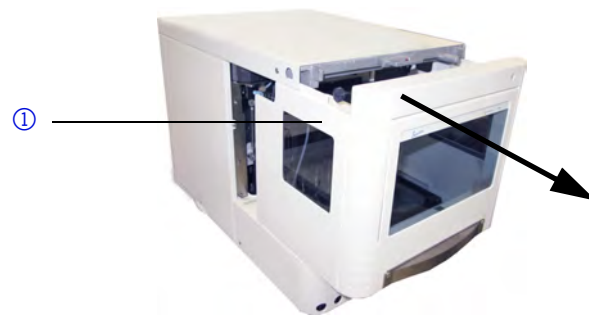


Abb. 4 Frontverkleidung entfernen

Kühlabdeckung entfernen Kühlabdeckung in markierter Pfeilrichtung herausziehen.

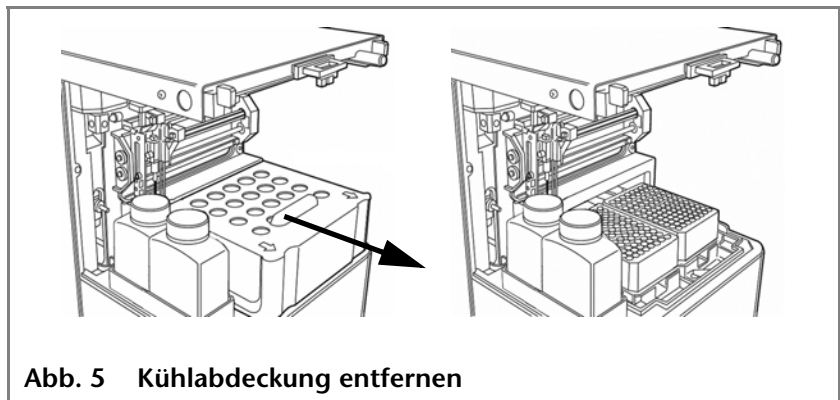


Abb. 5 Kühlabdeckung entfernen

Geräte-Vorderseite mit Probenraum

Legende

- ① Injektionsventil
- ② Spritze
- ③ Nadelführung
- ④ Auffang-Behälter
- ⑤ Spüllösung-Flasche
- ⑥ Kühlabdeckung
- ⑦ Schlauchanschluss für Abfallflüssigkeit
- ⑧ Schlauchanschluss für Kondenswasser

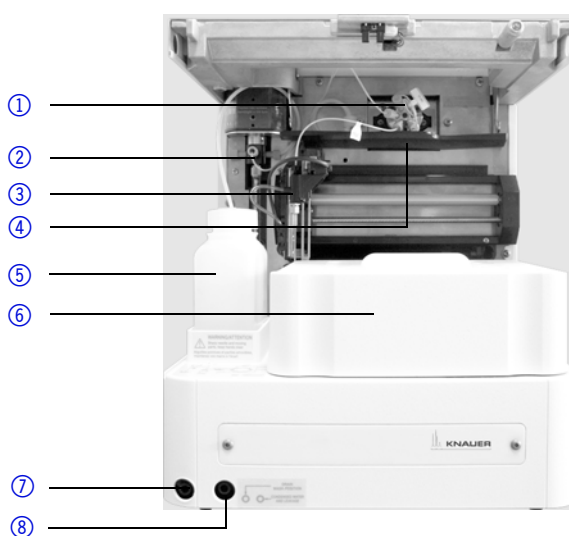


Abb. 6 Geräte-Vorderseite mit Probenraum

Geräte-Rückseite

Auf der Geräte-Rückseite befinden sich folgende Bauteile, Anschlüsse und Hinweise:

Legende

- ① LAN-Anschluss
- ② I/O-Anschluss (9-polig)
- ③ Warnhinweis 1
- ④ Netzschalter
- ⑤ Warnhinweis 2
- ⑥ CE-Zeichen
- ⑦ Sicherungsfach
- ⑧ Netzanschlussbuchse
- ⑨ Kühlventilator
- ⑩ Baujahr des Geräts und Seriennummer

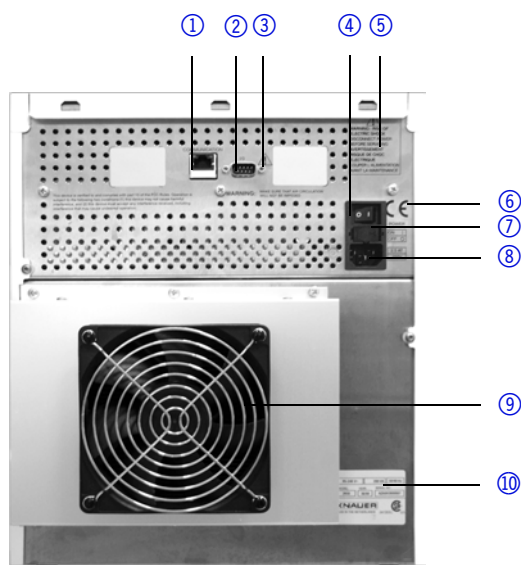


Abb. 7 Geräte-Rückseite

Lokales Netzwerk und Autokonfiguration

Der Autosampler wird ausschließlich über die Chromatografie-Software gesteuert.

- Remote-Steuerung** In der Regel wird die Pumpe mit der Chromatografie-Software über ein lokales Netzwerk (LAN) gesteuert.
- Autokonfiguration** Der im lokalen Netzwerk (LAN) angeschlossene Autosampler wird automatisch von der Chromatografie-Software erkannt.
- Gerätestatus** Beim Betrieb im lokalen Netzwerk (LAN) ist der Systemstatus des Autosamplers mit der Chromatografie-Software überprüfbar.

Gerät über ein lokales Netzwerk (LAN) an den Computer anschließen

Dieses Kapitel beschreibt, wie ein HPLC-System zu einem Lokalen Netzwerk (LAN) aufgebaut wird und wie das LAN durch einen Netzwerkadministrator zum Datenaustausch an ein Firmennetzwerk angeschlossen werden kann. Die Beschreibung gilt für das Betriebssystem Windows® und alle gängigen Router.

- Hinweis** Um ein LAN aufzubauen, wird die Verwendung eines Routers empfohlen. Das heißt, dass folgende Schritte erforderlich sind:

- Ablauf**
1. Am Computer in der Systemsteuerung die LAN-Eigenschaften prüfen.
 2. Router mit den Geräten und dem PC verkabeln.
 3. Am Computer den Router für das Netzwerk einrichten.
 4. Chromatografie-Software vom entsprechenden Datenträger installieren.
 5. Geräte einschalten und Chromatografie-Software starten.

LAN-Eigenschaften einstellen

Im LAN wird ausschließlich ein Server (im Regelfall der Router) verwendet, von dem die Geräte automatisch ihre IP-Adresse im Netzwerk beziehen.

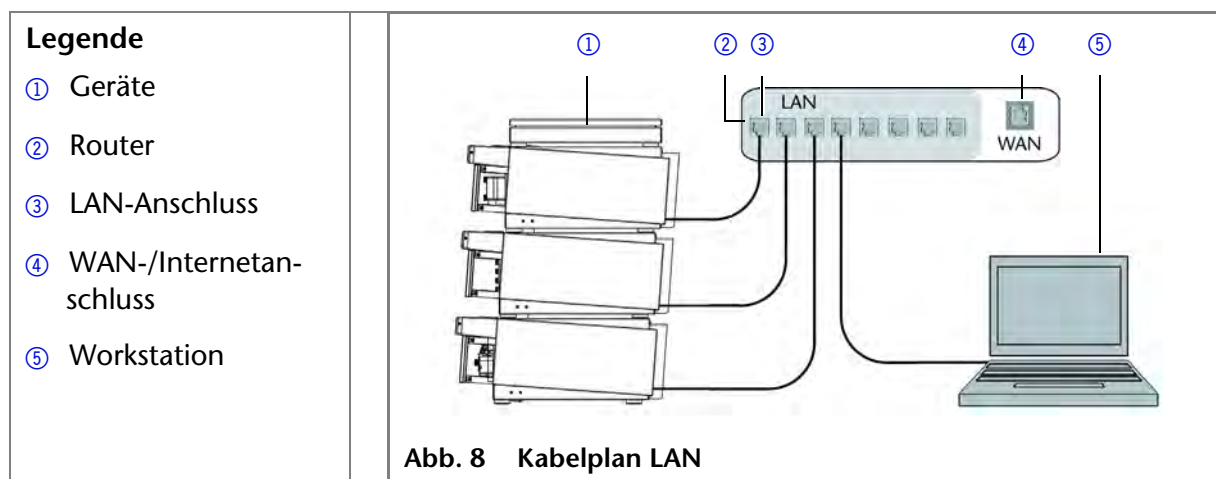
- Voraussetzung**
- In Windows® sind Energiesparfunktionen, Ruhezustand, Standby-Funktion und Bildschirmschoner ausgeschaltet.
 - Wenn eine "USB to COM"-Box verwendet wird, muss im Gerätemanager die Einstellung "Computer kann das Gerät ausschalten, um Energie zu sparen" für alle USB-Hosts deaktiviert werden.
 - Nur Windows 7: Für den Netzwerkadapter im Gerätemanager die Einstellung "Computer kann das Gerät ausschalten, um Energie zu sparen" deaktivieren.
- Vorgehensweise**
1. In Windows 7 *Start* ⇒ *Systemsteuerung* ⇒ *Netzwerk- und Freigabecenter* auswählen.
 2. Auf *LAN-Verbindung* doppelklicken.
 3. Schaltfläche *Eigenschaften* anklicken.

4. *Internetprotokoll Version 4 (TCP/IPv4)* auswählen.
5. Schaltfläche *Eigenschaften* anklicken.
6. In der Registerkarte *Allgemein* die Einstellungen prüfen. Die korrekten Einstellungen des DHCP-Clients sind:
 - a) *IP-Adresse automatisch beziehen*
 - b) *DNS-Serveradresse automatisch beziehen*
7. Schaltfläche *OK* anklicken.

Geräte zum LAN verkabeln

Der Router hat mehrere LAN-Anschlüsse und einen WAN-/Internetanschluss, über den der Router an ein Wide Area Network (WAN) angeschlossen werden kann, wie z. B. ein Firmennetzwerk oder das Internet. Die LAN-Anschlüsse dagegen dienen zum Aufbau eines Netzwerks aus Geräten und Computer. Um Störungen zu vermeiden wird empfohlen, das HPLC-System außerhalb des Firmennetzwerks zu betreiben.

Hinweis Für jedes Gerät und für den Router wird ein Patch-Kabel mitgeliefert. Um den Router an das Netzwerk anzuschließen, wird ein zusätzliches Patch-Kabel benötigt, das nicht im Lieferumfang enthalten ist.



Voraussetzung

- Computer ist ausgeschaltet.
- Für die Geräte und den Computer ist je ein Patch-Kabel vorhanden.

Vorgehensweise

1. Mit dem Patch-Kabel den Router und den Computer verbinden. Diesen Schritt wiederholen, um die Geräte anzuschließen.
2. Mit dem Netzteil den Router an das Stromnetz anschließen.

Router einstellen

Der Router wird mit werkseitigen Voreinstellungen ausgeliefert. Auf der Unterseite des Routers ist ein Aufkleber angebracht, auf dem die IP-Adresse, Benutzername und Passwort zu finden sind, mit denen man die Routerkonfiguration öffnen kann.

Vorgehensweise

1. Um die Routerkonfiguration zu öffnen, im Browser die IP-Adresse des Routers eingeben (gilt nicht für alle Router).

2. Benutzername und Passwort eingeben.
3. Router als DHCP-Server einstellen.
4. In der Routerkonfiguration den IP-Adressbereich prüfen und ggf. ändern.

Ergebnis Sobald der Router allen Geräten eine IP-Adresse zugewiesen hat, übernimmt die Chromatografiesoftware die Steuerung des HPLC-Systems.

LAN in das Firmennetzwerk integrieren

Der Router kann durch den Netzwerkadministrator an das Firmennetzwerk angeschlossen werden. Dazu wird der WAN-/Internetanschluss des Routers verwendet.

Voraussetzung Patch-Kabel ist vorhanden.

- Vorgehensweise**
1. Prüfen, dass es keine Überschneidung zwischen den IP-Adressen des Routers und des Firmennetzwerks gibt.
 2. Im Fall einer Überschneidung in der Routerkonfiguration den IP-Adressbereich ändern.
 3. Mit dem Patch-Kabel den WAN-/Internetanschluss des Routers mit dem Firmennetzwerk verbinden.
 4. Alle Geräte einschließlich des Computers neu starten.

Mehrere Systeme in einem LAN separat steuern

Die Kommunikation in LANs läuft über sogenannte Ports, die Teil der Netzwerkadresse sind. Wenn in einem LAN mehrere HPLC-Systeme vernetzt sind, die separat gesteuert werden sollen, können dafür unterschiedliche Ports verwendet werden, um Störungen zu vermeiden. Dafür muss die Portnummer an jedem Gerät geändert und die gleiche Portnummer in der Gerätekonfiguration der Chromatografiesoftware eingegeben werden. Es empfiehlt sich, für alle Geräte eines Systems dieselbe Portnummer zu verwenden.

Hinweis Der Port ist bei allen Geräten werkseitig auf 10001 eingestellt. Die Portnummern in der Konfiguration der Geräte in der Chromatografiesoftware und am Gerät müssen identisch sein, ansonsten kann keine Verbindung hergestellt werden.



- Vorgehensweise**
1. Portnummer bestimmen und am Gerät ändern.
 2. Portnummer in der Chromatografiesoftware eingeben.

Ergebnis Die Verbindung wird hergestellt.

Fehlerbehebung für Verbindungsprobleme

Die folgenden Punkte prüfen, wenn über das LAN keine Verbindung zwischen Computer und Geräten hergestellt werden kann. Prüfen Sie nach jedem Punkt, ob das Problem behoben wurde.

Wenn der Fehler nicht gefunden wird, rufen Sie die Technische Kundenbetreuung an.

<p>1. Status der LAN-Verbindung in der Taskleiste von Windows prüfen:</p> <ul style="list-style-type: none"> ▪  Verbindung hergestellt ▪  Verbindung nicht hergestellt <p>Wenn keine Verbindung besteht, folgende Tests machen:</p> <ul style="list-style-type: none"> ▪ Ist der Router eingeschaltet? ▪ Ist das Patch-Kabel am Router und am Computer korrekt angeschlossen? 	<input type="checkbox"/>
<p>2. Routereinstellungen prüfen:</p> <ul style="list-style-type: none"> ▪ Ist der Router als DHCP-Server eingestellt? ▪ Ist ein genügend großer IP-Adressbereich für alle Geräte angegeben? 	<input type="checkbox"/>
<p>3. Alle Steckverbindungen prüfen:</p> <ul style="list-style-type: none"> ▪ Sind die Patch-Kabel an die LAN-Anschlüsse angeschlossen und nicht an den Internetanschluss? ▪ Sind alle Geräte und der Computer korrekt verkabelt? ▪ Sind die Stecker der Patch-Kabel fest eingesteckt? 	<input type="checkbox"/>
<p>4. Wenn der Router an ein Firmennetzwerk angeschlossen ist, das Patch-Kabel vom Internetanschluss des Routers abziehen.</p> <ul style="list-style-type: none"> ▪ Können Geräte und Computer kommunizieren, wenn der Router vom Firmennetzwerk getrennt ist? 	<input type="checkbox"/>
<p>5. Wenn eine Control Unit für die Geräte vorhanden ist, die Einstellungen im Menüpunkt <i>Setup > Network</i> prüfen:</p> <ul style="list-style-type: none"> ▪ Ist für die Steuerung <i>LAN-DHCP</i> eingestellt? ▪ Hat das Gerät eine IP-Adresse bezogen? 	<input type="checkbox"/>
<p>6. Geräte, Router und Computer ausschalten. Erst den Router, dann die Geräte und den Computer einschalten.</p> <ul style="list-style-type: none"> ▪ War die Maßnahme erfolgreich? 	<input type="checkbox"/>
<p>7. Patch-Kabel des Geräts austauschen, zu dem keine Verbindung hergestellt werden kann.</p> <ul style="list-style-type: none"> ▪ War die Maßnahme erfolgreich? 	<input type="checkbox"/>

PASA™ Schleifen-Injektionsprinzip

Der Autosampler verwendet ein Schleifen-Injektionsprinzip mit Druckunterstützung (Pressure Assisted Sample Aspiration PASA™) und hat folgende Merkmale:

- Proben müssen nicht entgast werden
- Keine Luftblasen in der Probenschleife
- Keine Verstopfung oder Verschmutzung der Probennadel
- Präzise Steuerung der Spritzenbewegung

Legende

- ① Probenschleife
- ② Spritze
- ③ Sample Vial
- ④ Säule
- ⑤ Pumpe

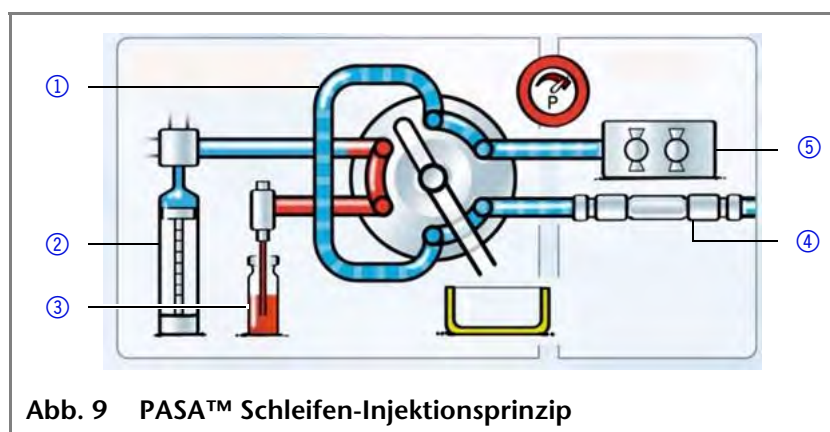


Abb. 9 PASA™ Schleifen-Injektionsprinzip

Injektionsmethoden

Es stehen drei verschiedene Injektionsmethoden zur Auswahl:

- Vollschleifen-Injektion
- Partielle Schleifen-Injektion
- Mikroliter Pick-up Injektion

Vollschleifen-Injektion

Bei der Vollschleifen-Injektion wird die Probenschleife komplett mit Probe gefüllt. Es wird maximale Reproduzierbarkeit, aber nicht maximale Genauigkeit erreicht, da die Größe der Probenschleife eine Abweichung von $\pm 10\%$ haben kann. Das maximale Injektionsvolumen entspricht dem Schleifenvolumen. Die Probenschleife wird mit einem Vielfachen des Schleifenvolumens gefüllt:

3 x Schleifenvolumen für Schleifen bis 100 μl

Der Probenverlust pro Injektion setzt sich aus der x-fachen Überfüllung der Probenschleife und dem eingestellten Spülvolumen der eingesetzten Nadel zusammen.

Partielle Schleifen-Injektion

Bei der partiellen Schleifenfüllung wird die Probenschleife zum Teil mit Probe und zum Teil mit Fließmittel gefüllt. Es wird höchste Genauigkeit des Probenvolumens bei minimalem Probenverlust erreicht. Das maximale Injektionsvolumen entspricht 50% des Schleifenvolumens. Der Probenverlust pro Injektion entspricht dem eingestellten Spülvolumen der eingesetzten Nadel.

Mikroliter Pick-up Injektion

Bei der Mikroliter Pick-up Injektion wird die Probenschleife mit einer sehr geringen Probenmenge und Transportflüssigkeit (mobile Phase) gefüllt. Es wird höchste Genauigkeit erreicht und es entsteht kein Probenverlust. Das maximale Probenvolumen liegt bei 50% des Schleifenvolumens minus 1,5-faches Nadelvolumen.

Luftnadel und Probennadel

Der Autosampler verwendet ein System von zwei ineinander gesteckten Nadeln – die eine zum Durchstoßen der Kappe des Probenfläschchens, die sogenannte Luftnadel – die andere zur Probenentnahme, die sogenannte Probennadel.

Mit einer Spritze wird die Probe durch die zwei Nadeln aus dem Sample Vial unter Druck in die Probenschleife gesaugt. Zwischen Spritze und Ventil befindet sich ein Pufferschlauch, um Verunreinigungen der Spritze zu vermeiden. Mit einem Waschlösungsmittel werden Probenreste aus der Probennadel und dem Pufferschlauch entfernt.

Vollschleifen-Injektion

Hinweis Nach jeder Injektion findet ein Waschvorgang statt.

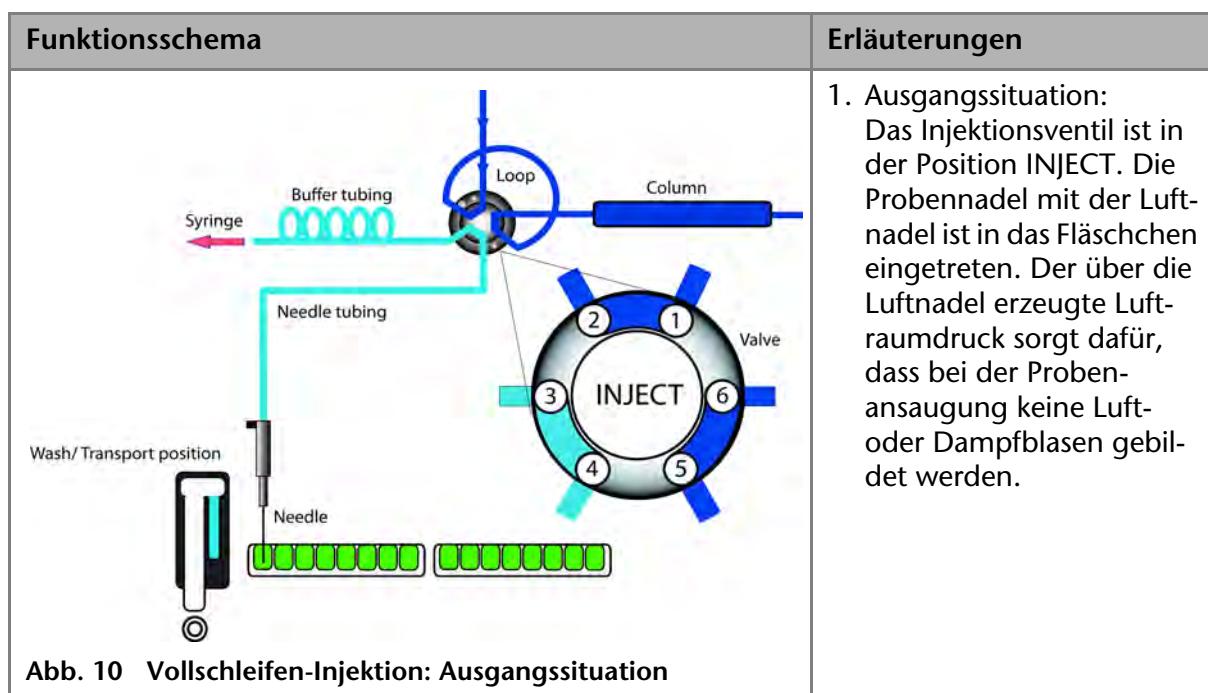
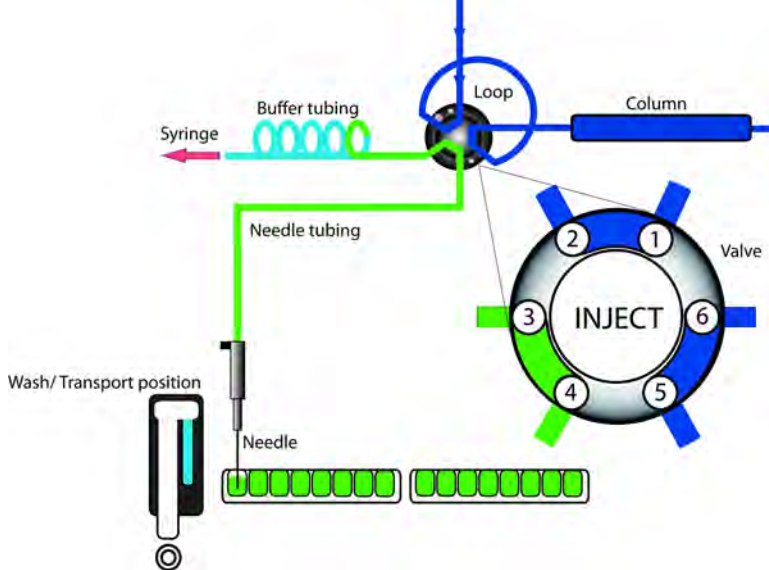
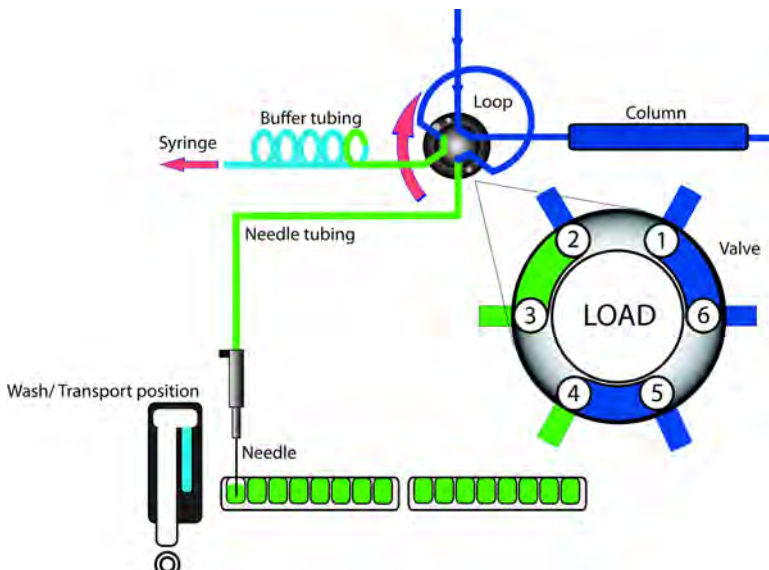
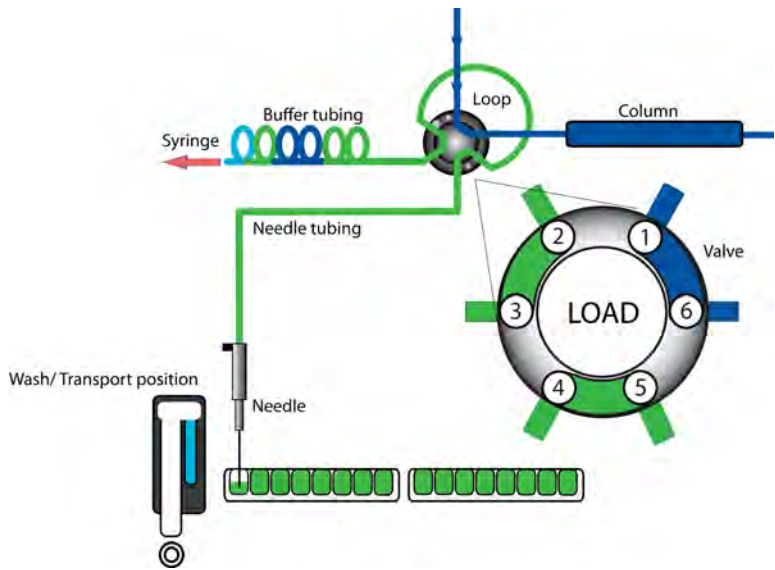
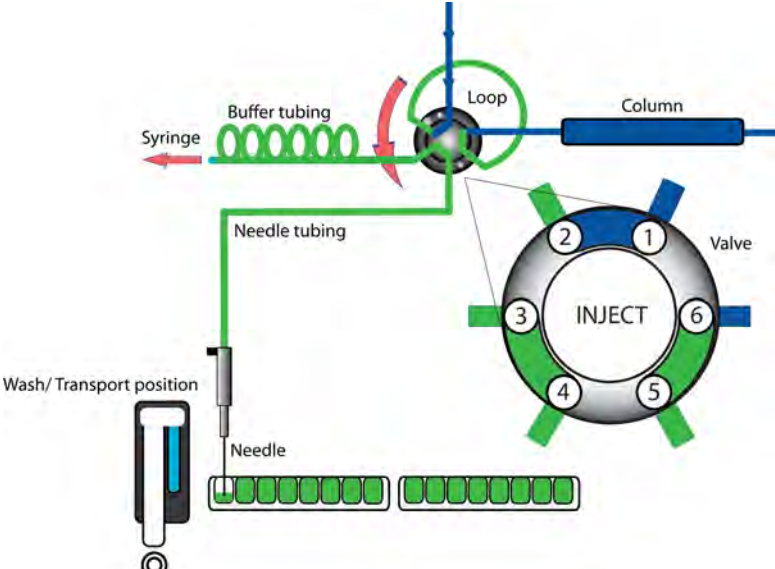


Abb. 10 Vollschleifen-Injektion: Ausgangssituation

Funktionsschema	Erläuterungen
 <p>Abb. 11 Vollschleifen-Injektion: Die Nadel und die Probenleitungen werden gespült</p>	<p>2. Die Spritze saugt das Spülvolumen aus dem Probengefäß an, um die Probenleitung mit Probenmaterial zu füllen und die Waschlösung zu entfernen.</p>
 <p>Abb. 12 Vollschleifen-Injektion: Injektionsventil schaltet in die Position LOAD</p>	<p>3. Das Injektionsventil wird in die Position LOAD geschaltet, so dass das Probenmaterial direkt an den Einfluss der Proben-schleife grenzt.</p>

Funktionsschema	Erläuterungen
 <p>Abb. 13 Vollschleifen-Injektion: Die Probenschleife wird vollständig befüllt</p>	<p>4. Die Probenschleife wird befüllt, indem eine bestimmte Anzahl des Schleifenvolumens (abhängig von dem Volumen der Schleife) durch die Schleife transportiert wird. 3 x Schleifenvolumen bei Schleifen mit 100 µl</p>
 <p>Abb. 14 Vollschleifen-Injektion: Injektionsventil schaltet in die Position INJECT</p>	<p>5. Das Injektionsventil schaltet in die Position INJECT. Die Probenschleife ist nun Teil des HPLC-Flusswegs der mobilen Phase. Die Probe wird zur Säule transportiert. Die Analyse beginnt.</p>

Nächste Schritte Spülen Sie die Nadel nach jeder Injektion.

Luftsegment bei Vollschleifen-Injektion

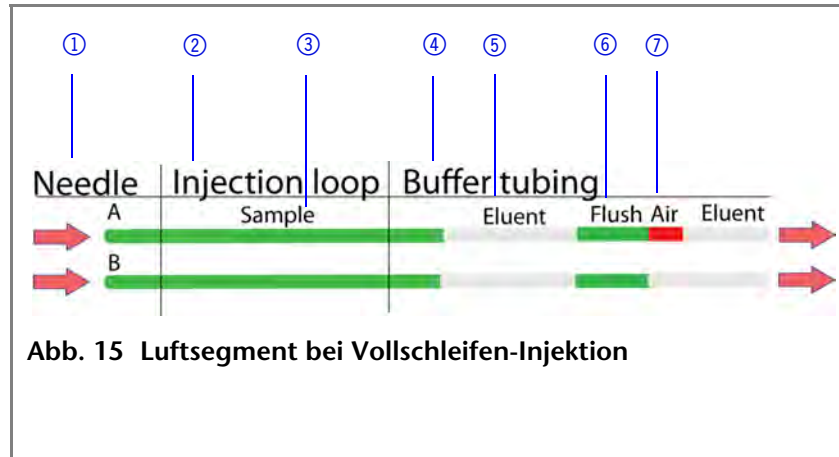
Zur Reduzierung des Spülvolumens kann ein Luftsegment von 5 µl verwendet werden. Das Luftsegment befindet sich vor dem Spülsegment und wird nicht injiziert.

Bei Verwendung einer Standardnadel und Injektionen mit Luftsegment muss das Spülvolumen mindestens 30 µl betragen, ohne Luftsegment 35 µl. Bei extrem viskosen Proben kann es erforderlich sein, größere Spülvolumina zu programmieren und

zur Verbesserung der Leistung die Spritzengeschwindigkeit zu reduzieren.

Legende

- ① Nadel
- ② Probenschleife
- ③ Probe
- ④ Pufferschlauch
- ⑤ Fließmittel
- ⑥ Spülsegment
- ⑦ Luftsegment



Partielle Schleifenfüllung

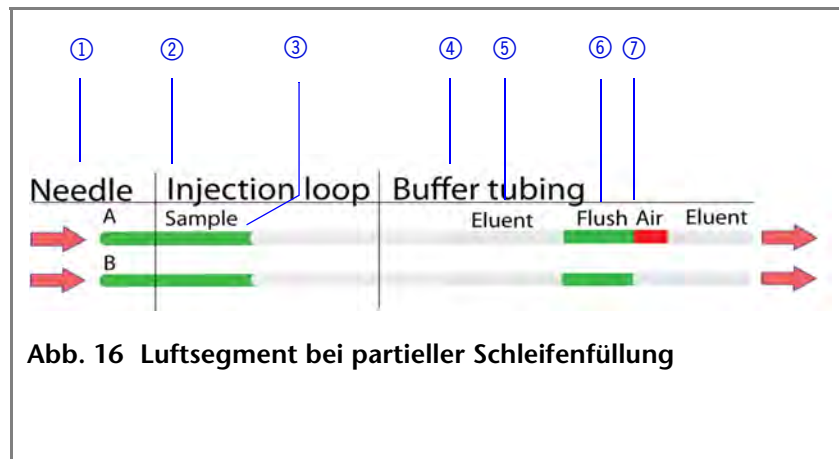
Spülmenge

Ein Luftsegment von 5 µl vor der Spülmenge, welches nicht injiziert wird, kann die durch Dispersion verursachte Verdünnung der Probe beim Ansaugen verringern.

- Bei einer Standardnadel folgende Spülmengen einstellen:
 - Mindestens 30 µl für Injektionen mit Luftsegment
 - 35 µl für Injektionen ohne Luftsegment
- Um gute Ergebnisse für höherviskose Proben zu erzielen, die Spülmenge erhöhen und die Spritzengeschwindigkeit verringern.

Legende

- ① Nadel
- ② Probenschleife
- ③ Probe
- ④ Pufferschlauch
- ⑤ Fließmittel
- ⑥ Spülsegment
- ⑦ Luftsegment

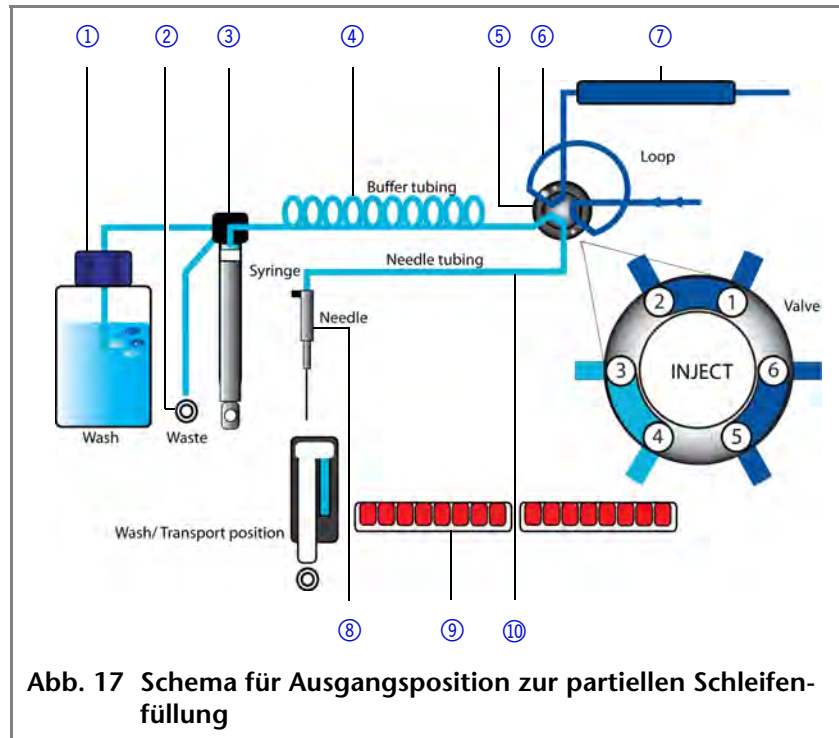


Probenmenge

Im Autosampler 3950 schiebt die Spritze die Probe in die Probenschleife. Für die partielle Schleifenfüllung darf die Probenmenge maximal 50 % des Schleifenvolumens betragen.

Legende

- ① Spülflasche
- ② Schlauchanschluss für Abfall
- ③ Spritze
- ④ Schlauch
- ⑤ Ventil
- ⑥ Probenschleife
- ⑦ Säule
- ⑧ Nadel
- ⑨ Mikrotiterplatte mit Proben
- ⑩ Kapillare

**Hinweis**

Der Ablauf der partiellen Schleifenfüllung ist vollautomatisch.

Abbildung	Ablauf
<p>Abb. 18 Partielle Schleifenfüllung: Ventilposition 'Injizieren'</p>	<ol style="list-style-type: none"> 1. Das Ventil steht in der Position <i>INJECT</i>. Der Schlauch und die Kapillare sind mit Spüllösung gefüllt.

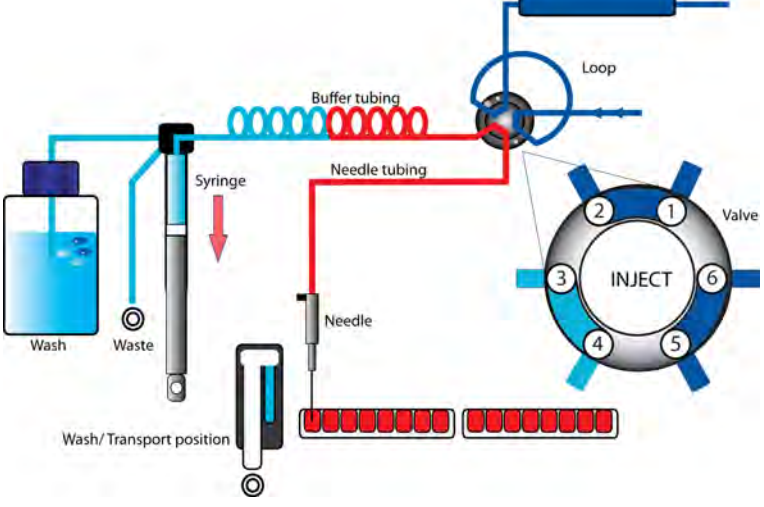
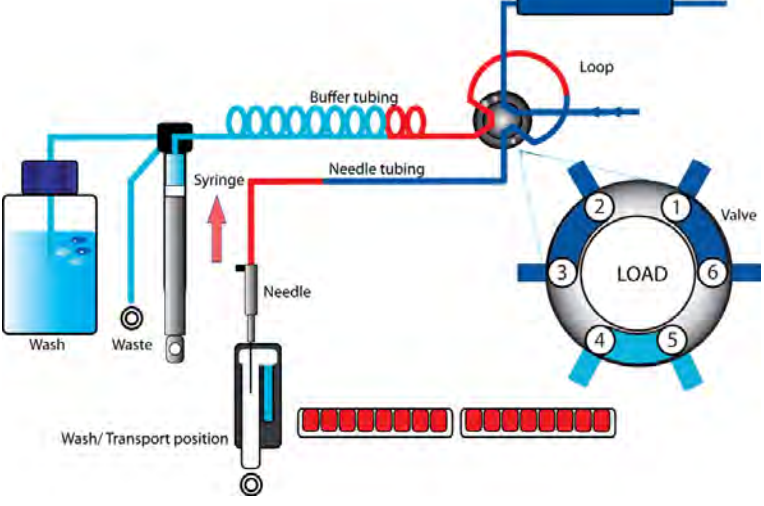
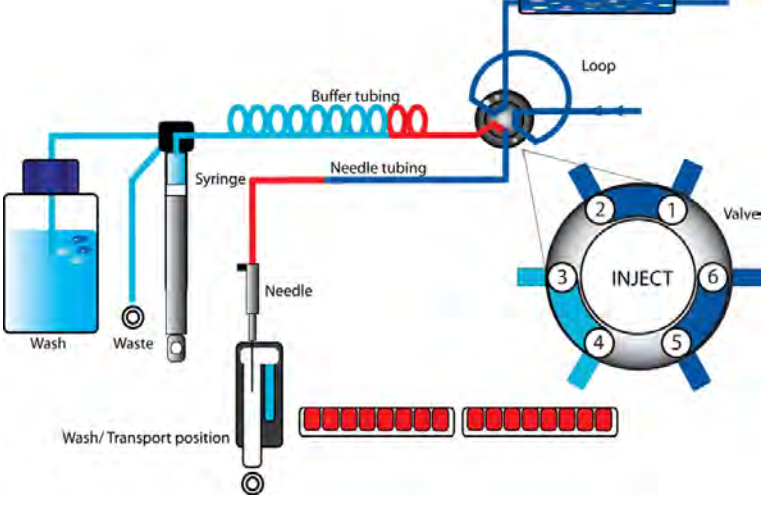
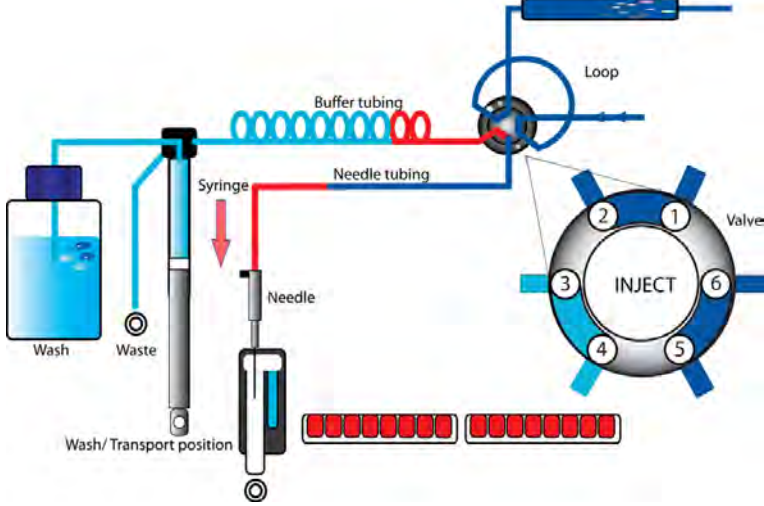
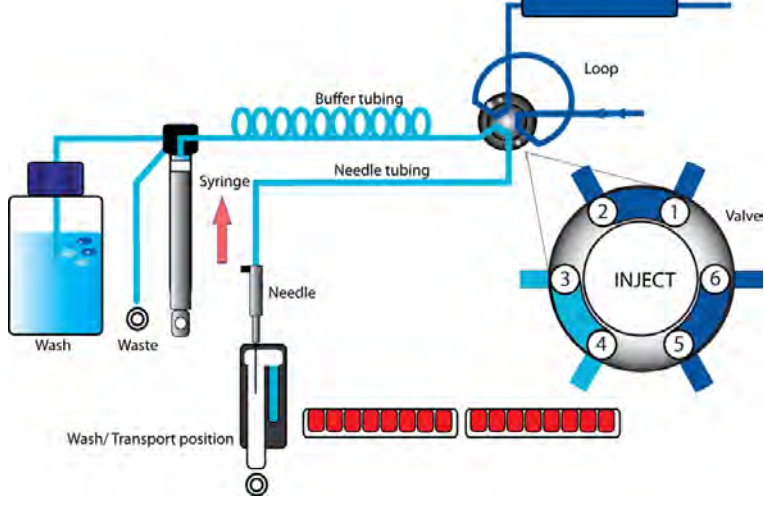
Abbildung	Ablauf
 <p>Abb. 19 Partielle Schleifenfüllung: Probe ansaugen</p>	<p>2. Die Nadel fährt in die Probe und die Spritze saugt die Probe an. Der Schlauch ist teilweise, die Kapillare komplett mit Probe gefüllt.</p>
 <p>Abb. 20 Partielle Schleifenfüllung: Ventilposition 'Laden'</p>	<p>3. Das Ventil schaltet in die Position <i>LOAD</i> und die Spritze schiebt die Probe in die Probenschleife. Der Schlauch ist mit Spüllösung und Probe gefüllt, die Kapillare mit Probe und Fließmittel.</p>
 <p>Abb. 21 Partielle Schleifenfüllung: Injizieren auf die Säule</p>	<p>4. Das Ventil schaltet in die Position <i>INJECT</i> und die Pumpe befördert die Probe mit dem Fließmittel zur Säule.</p>

Abbildung	Ablauf
 <p>Abb. 22 Partielle Schleifenfüllung: Spüllösung ansaugen</p>	<p>5. Die Spritze saugt die Spüllösung aus der Spülflasche an.</p>
 <p>Abb. 23 Partielle Schleifenfüllung: Ausspülen von Probe und Fließmittel</p>	<p>6. Die Spritze injiziert die Spüllösung in den Schlauch und die Kapillare. Die Probe und das Fließmittel werden ausgespült.</p>

Mikroliter Pick-up Injektion

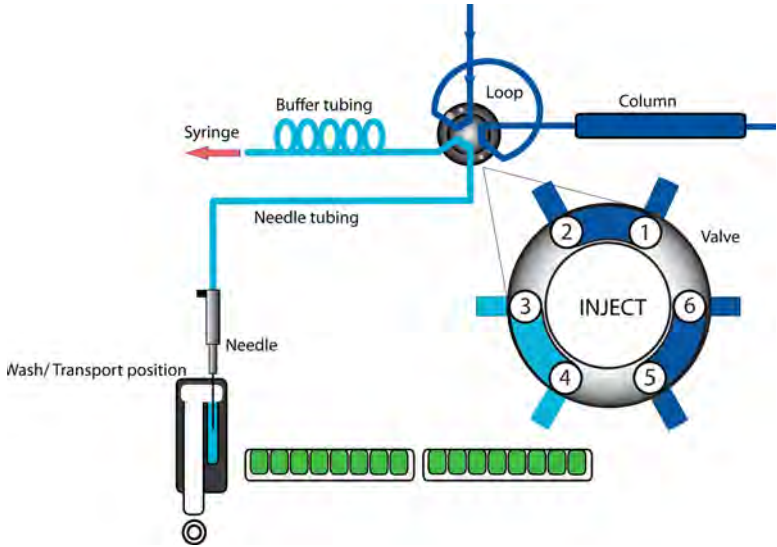
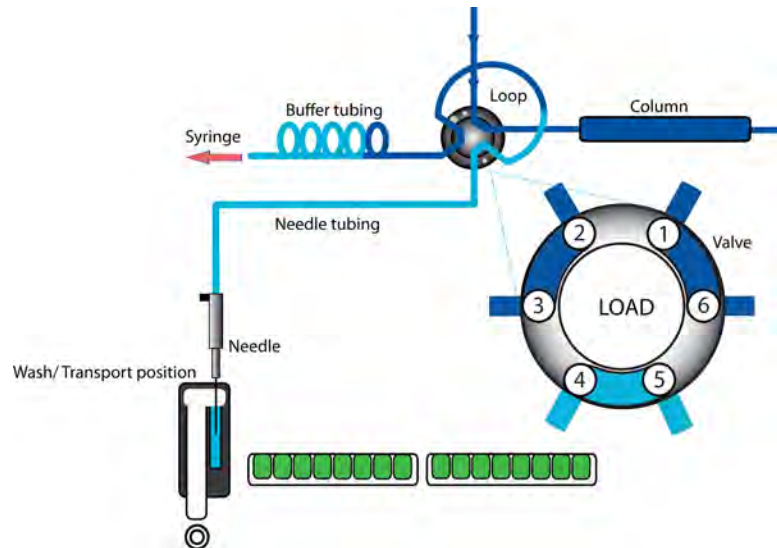
Abbildung	Ablauf
 <p>Abb. 24 Mikroliter Pick-up Injektion: Ausgangssituation</p>	<ol style="list-style-type: none"> 1. Ausgangssituation: Das Injektionsventil ist in der Position INJECT. Die Probenadel befindet sich in Position Waschen/Transport. Der Transportbehälter wird mit Waschflüssigkeit gefüllt. 2. Die Probenleitung wird mit Waschflüssigkeit befüllt, so dass die Waschflüssigkeit direkt an den Einlass der Probenschleife grenzt. Während Befüllung/Transport verbleibt der Injektionsventil in der Position INJECT. <p>Hinweis: Auf Verträglichkeit der Waschflüssigkeit mit dem Eluenten achten.</p>
 <p>Abb. 25 Mikroliter Pick-up Injektion: Probenleitung wird mit Transportflüssigkeit gefüllt</p>	<ol style="list-style-type: none"> 3. Das Injektionsventil schaltet auf LOAD. Ein Transportsegment Waschflüssigkeit wird in die Probenschleife gesaugt.

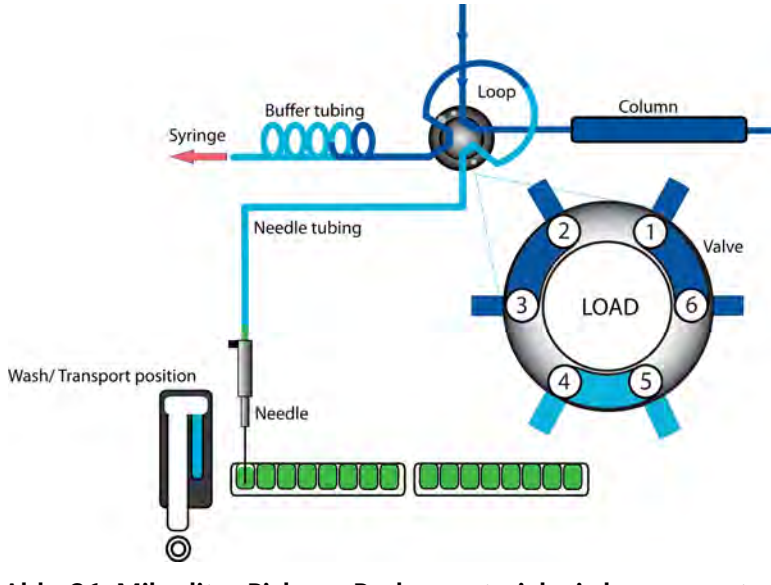
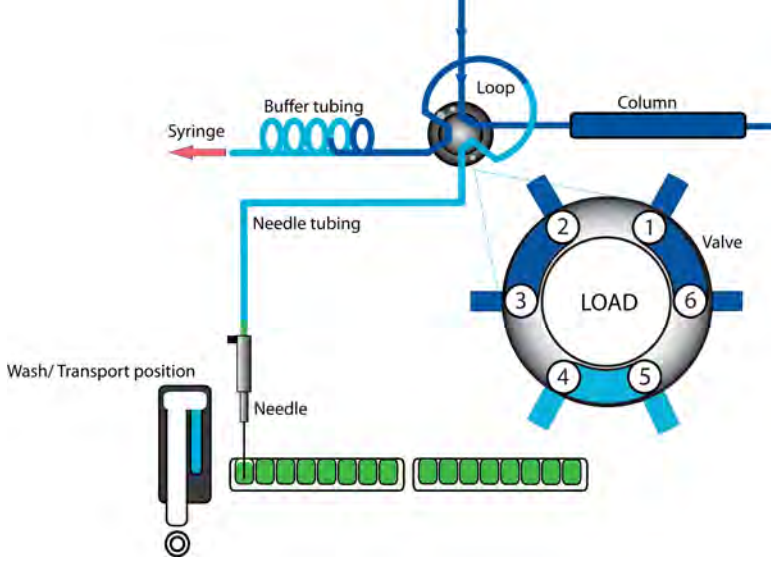
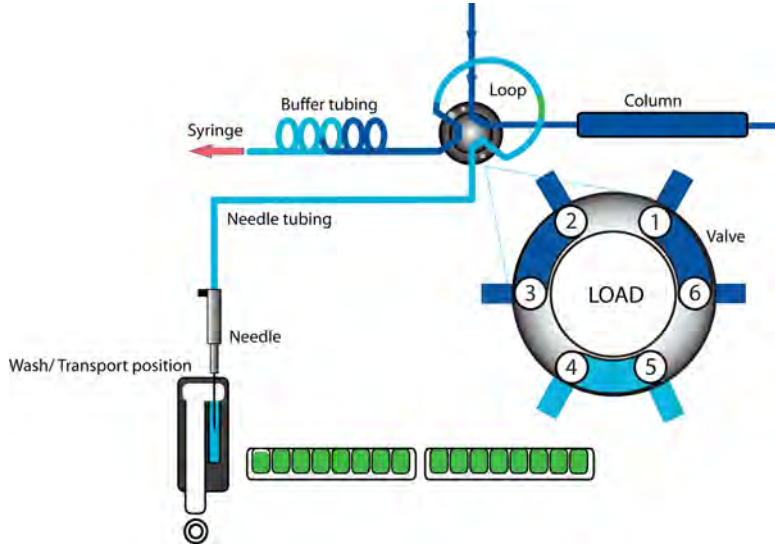
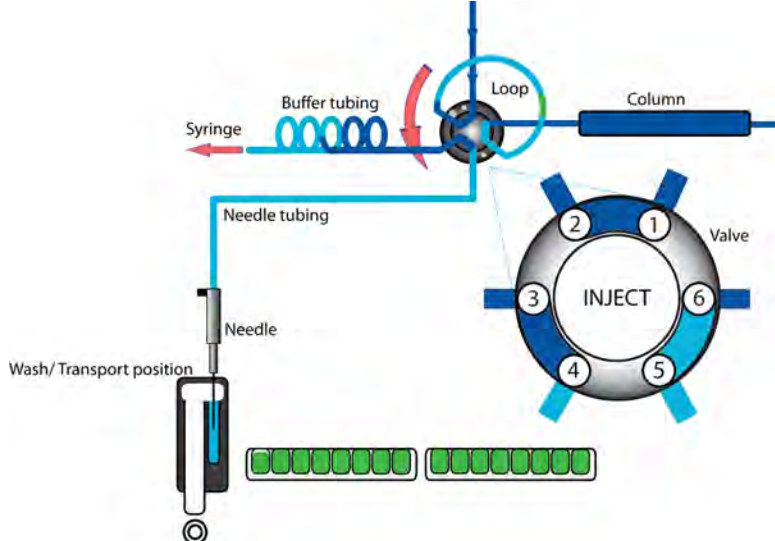
Abbildung	Ablauf
 <p>Abb. 26 Mikroliter Pick-up: Probenmaterial wird angesaugt</p>	<p>4. Die Nadel fährt von der Transportposition zum Probengefäß.</p>
 <p>Abb. 27 Mikroliter Pick-up: Das Injektionsvolumen wird angesaugt</p>	<p>5. Die Probenflüssigkeit wird nach der Menge des programmierten Injektionsvolumens aus dem Probenfläschchen angesaugt.</p>

Abbildung	Ablauf
 <p>Abb. 28 Mikroliter Pick-up: Die Probe wird in die Proben-schleife transportiert</p>	<p>6. Die Probennadel fährt zurück in die Transportposition. Ein zweites Transportsegment Waschflüssigkeit wird angesaugt. Die Probe wird in die Probenschleife transportiert.</p>
 <p>Abb. 29 Mikroliter Pick-up: Die Probe wird zur Säule transportiert</p>	<p>7. Das Injektionsventil schaltet auf INJECT. Die Probenschleife ist nun Teil des HPLC Flusswegs der mobilen Phase. Die Probe wird zur Säule transportiert. Die Analyse startet.</p>

Luftsegment mit μ l Pick-up Injektionen

Wenn ein Luftsegment programmiert wurde, dann zeigt es sich vor dem ersten Transportsegment und vor jedem Probensegment.

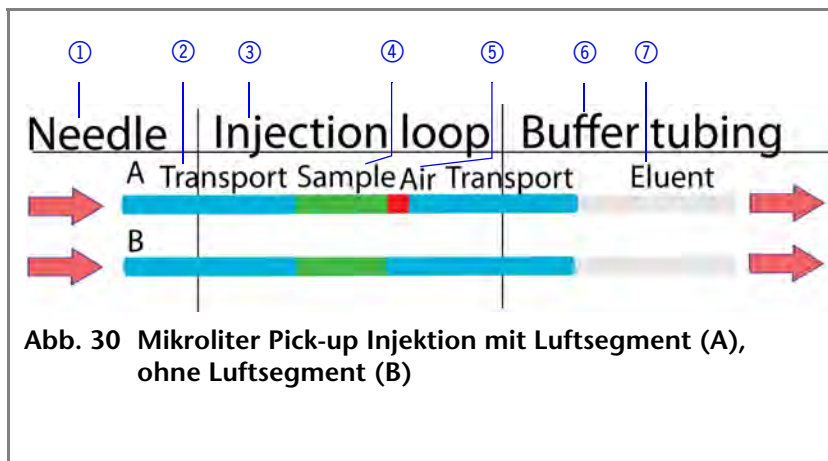
Es gelten folgende Bedingungen:

- Das Luftsegment vor dem Probensegment wird in das HPLC-System injiziert
- In diesem Modus kann auf die Fläschchen kein Luftraumdruck ausgeübt werden, da das Probenvolumen sonst durch Aus-

dehnung der Luft während des Wechsels vom Probengefäß zur Waschposition verfälscht werden kann.

Legende

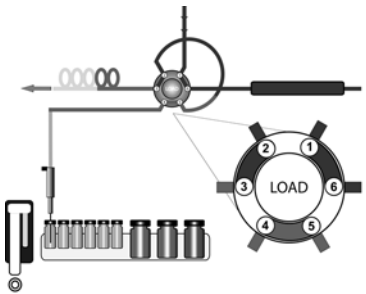
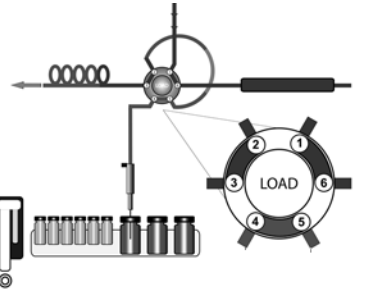
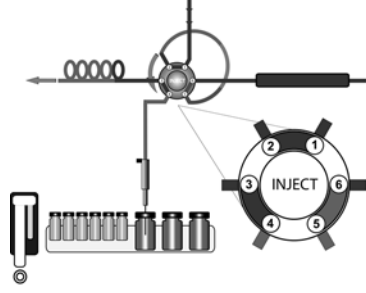
- ① Nadel
- ② Transportsegment
- ③ Probenschleife
- ④ Probe
- ⑤ Luftsegment
- ⑥ Pufferschlauch
- ⑦ Fließmittel



µl Pick-up Injektionen mit 84+3

Bei Auswahl des µl Pick-up mit einem 84+3-Probentablett werden die drei 10-ml-Fläschchen automatisch für den Transport verwendet. In diesem Fall wird die Nadelposition Waschen/Transport nur für das Waschen der Nadel verwendet. Daraus ergibt sich der folgende Injektionsablauf:

Ablauf	Abbildung
1. Zu Beginn befindet sich die Nadel noch in der Position Waschen/Transport. Das Ventil befindet sich in der Position INJECT.	<p>Abb. 31 Mikroliter Pick-up 84+3: Ausgangssituation</p>
2. Für die erste Injektion saugt die Spritze Transportflüssigkeit von einem Fläschchen in der Transport-position an, um die Probenleitung mit Transportflüssigkeit zu füllen und die Waschflüssigkeit zu entfernen.	<p>Abb. 32 Mikroliter Pick-up 84+3: Probenleitung wird mit Transportflüssigkeit befüllt</p>

Ablauf	Abbildung
<p>3. Das Injektionsventil schaltet auf LOAD. Das programmierte Injektionsvolumen wird aus dem Probengefäß angesaugt.</p>	 <p>Abb. 33 Mikroliter Pick-up 84+3: Injektionsventil schaltet in die Position LOAD</p>
<p>4. Die Probennadel fährt zurück zum Transportfläschchen. Ein zweites Segment Transportflüssigkeit wird angesaugt. Die Probe wird in die Probenschleife transportiert.</p>	 <p>Abb. 34 Mikroliter Pick-up 84+3: Die Probe wird in die Probenschleife transportiert</p>
<p>5. Das Ventil schaltet auf INJECT. Die Probenschleife ist nun Teil des HPLC-Flusswegs der mobilen Phase. Die Probe wird zur Säule transportiert. Die Analyse startet.</p>	 <p>Abb. 35 Mikroliter Pick-up 84+3: Injektionsventil schaltet in die Position INJECT.</p>

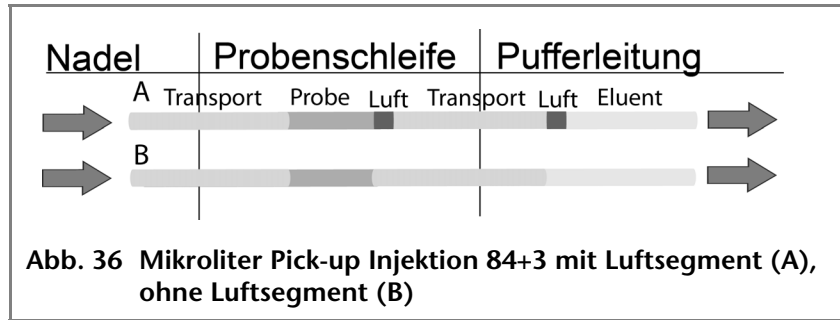
Luftsegment mit μ l Pick-up Injektion 84+3

Wenn ein Luftsegment programmiert wurde, erscheint es vor dem ersten Transportflüssigkeitssegment und vor jedem Probensegment.

In diesem Injektionsmodus:

- Das Luftsegment vor dem Probensegment wird in das HPLC-System injiziert
- In diesem Modus kann auf die Fläschchen kein Luftraumdruck ausgeübt werden, da das Probenvolumen sonst durch Aus-

dehnung der Luft während des Wechsels vom Probengefäß zur Waschposition verfälscht werden kann



84+3-Probentablett

Das 84+3-Probentablett ist optional und kann separat bestellt werden. Das Tablett wird im Autosampler über beide Tablethalter-Positionen platziert.

Hinweis: Das Probentablett immer so positionieren, dass sich die Position 87 in der hinteren rechten Ecke der Probenentnahmekammer befindet.

Das Probentablett bietet Platz für maximal 84 Fläschchen zu 1,5 ml + 3 Fläschchen zu 10 ml. Es ist so beschaffen, dass die Kappen aller Fläschchen unabhängig von ihrer Größe auf gleicher Höhe sind, so dass dieselbe Nadel für beide Fläschchengrößen verwendet werden kann.

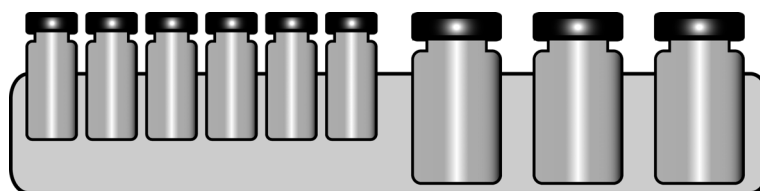


Abb. 37 Höhe des 84+3-Probentabletts

Die Länge der Probennadel kann daher nur für die 1,5-ml-Fläschchen programmiert werden. Je nach Füllstand der Transportflüssigkeit stehen für die 10-ml-Fläschchen zwei fixe Längeneinstellungen der Nadel zur Verfügung.

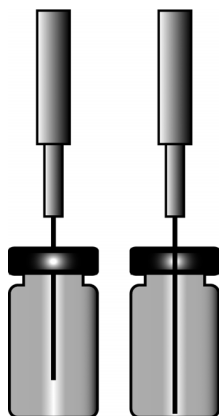


Abb. 38 Länge der Nadel und Füllstand der Flüssigkeit

Bei Programmierung einer Probenreihe wird die Ablaufreihenfolge für das Probentablett in numerischer Reihenfolge festgelegt:

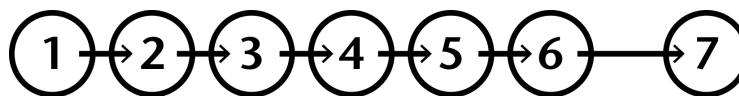


Abb. 39 Ablaufreihenfolge

Bei der Erstellung von Sequenztabelle mit einer Probe pro Reihe (1 Probe in jedem Lauf) kann selbstverständlich die Reihenfolge der Probenbearbeitung willkürlich programmiert werden.

µl Pick-up-Parameter für den 84+3-Probentablett

Um das 84+3-Probentablett zu verwenden, müssen die Probentablett-Einstellungen in der Software geändert werden.

Hinweis

Bei Auswahl des µl Pick-ups mit 84+3-Probentablett werden die drei 10-ml-Fläschchen automatisch für den Transport verwendet. In diesem Fall wird die Nadelposition Waschen/Transport nur für das Waschen der Nadel verwendet.

Für das 84+3-Probentablett sind die Positionen der Proben wie folgt festgelegt:

Position der ersten zu bearbeitenden Probe:	Fläschchenpositionen 1-84
Position der letzten zu bearbeitenden Probe:	Fläschchenpositionen 1-84
Erste zu bearbeitende Zielposition:	Fläschchenpositionen 1-84
Transportpositionen:	Fläschchenpositionen 85-87

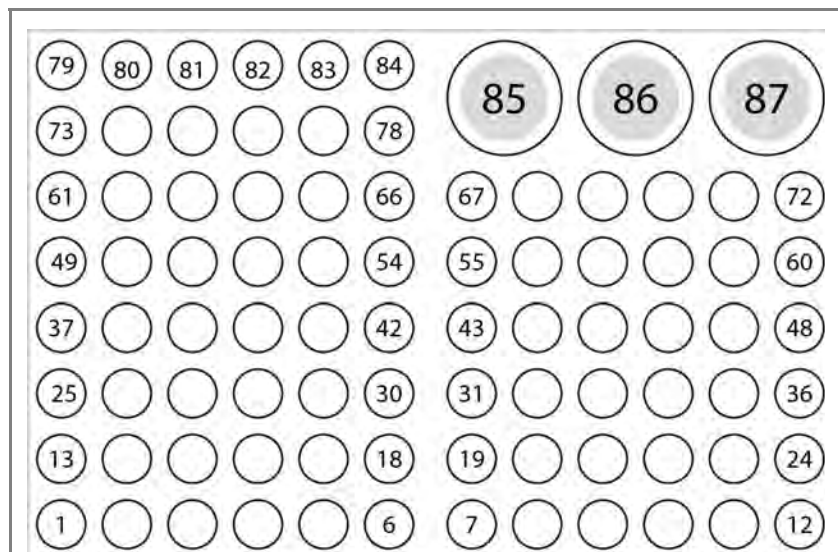


Abb. 40 Reagenz/Transport Position auf dem 84+3-Probentablett

Der Probenbereich wird durch die Definition der ersten und letzten Probe angegeben. Die Transportpositionen sind fix (Fläschchen 85, 86, 87).

Details zur Programmierung für die 84+3 Injektionsmethode

- Die Position der Transportfläschchen kann programmiert werden. Mögliche Positionen sind 85, 86 und 87. Die Position 85 ist die Standardposition für Transportfläschchen. Die Anlage berechnet das erforderliche Transportvolumen. Bitte stellen Sie beim Start der Anlage stets sicher, dass das Fläschchen mindestens 8000 µl enthält.
- Die Füllstände der Transportflüssigkeit werden bei Start eines Laufes nicht zurückgesetzt. Um eine Verunreinigung der Luftnadel zu vermeiden, hält die Nadel im Transportfläschchen auf der oberen Position an.
- Bei Bearbeitung einer Probenserie bzw. einer Probe pro Reihe berücksichtigt der Autosampler das verbleibende Volumen der Transportflüssigkeit während des Laufs. Unterschreitet das Volumen den Wert von 4000 µl, fährt die Nadel tiefer in das Transportfläschchen. Wenn die Menge der Transportflüssigkeit den Wert von 0 µl erreicht, meldet der Autosampler Fehlercode 369 (nicht genügend Transportflüssigkeit vorhanden).
- Die Füllmengen für die Transportflüssigkeit werden durch die Neuprogrammierung des Modus zurückgesetzt.
- Die Nadel fährt nicht automatisch zu einem anderen Transportfläschchen. Wenn Transportflüssigkeit von einer anderen Position gezogen werden soll, muss diese Position einprogrammiert werden.

Luftnadeln

Für den Autosampler sind Luftnadeln in sechs verschiedenen Längen von 50-80 mm verfügbar. Die Nadelhalterung gestattet eine weitere Anpassung der Nadelhöhe um 6 mm.

Standard Luftnadel

Die Standard Luftnadel ist 62 mm lang und kann in einem breiten Spektrum von tiefen und flachen Probenplatten eingesetzt werden.

Bei Einsatz von 10 ml Probenfläschchen dringt die Nadel tief in das Probenfläschchen ein. Ist dieses nicht mehr als 60% gefüllt, kann die Nadel wie üblich eingesetzt werden. Das gleiche gilt für den Einsatz tiefer Mikrotiterplatten.

Bei notwendigen Abweichungen von Standardeinstellungen sind die entsprechenden Nadeltypen zu verwenden.

Legende

- ① 10 ml Probenfläschchen
- ② 2 ml Probenfläschchen

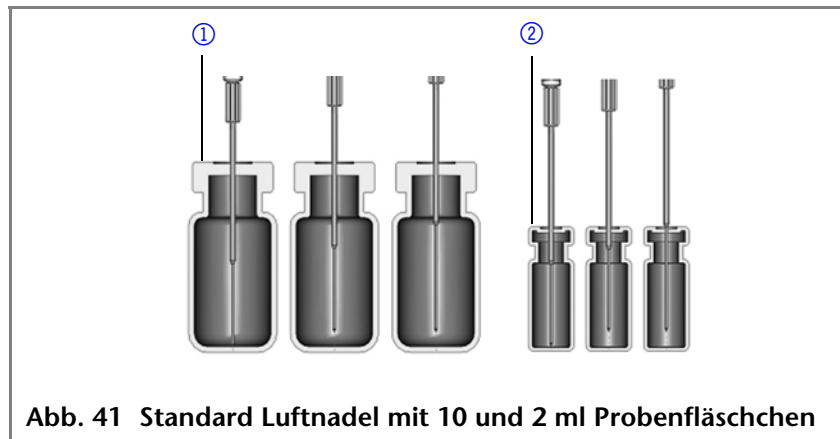


Abb. 41 Standard Luftnadel mit 10 und 2 ml Probenfläschchen

Hinweis

Das PASA™ Schleifen-Injektionsprinzip ist nicht für flache Mikrotiterplatten geeignet. Nur wenn die Luftnadel die Verschlusskappe ausreichend durchsticht, ist ihre Funktion gewährleistet.

Legende

- ① Tiefe Greiner Bio-One® Mikrotiterplatte mit Verschlusskappe
- ② Flache Greiner Bio-One® Mikrotiterplatte

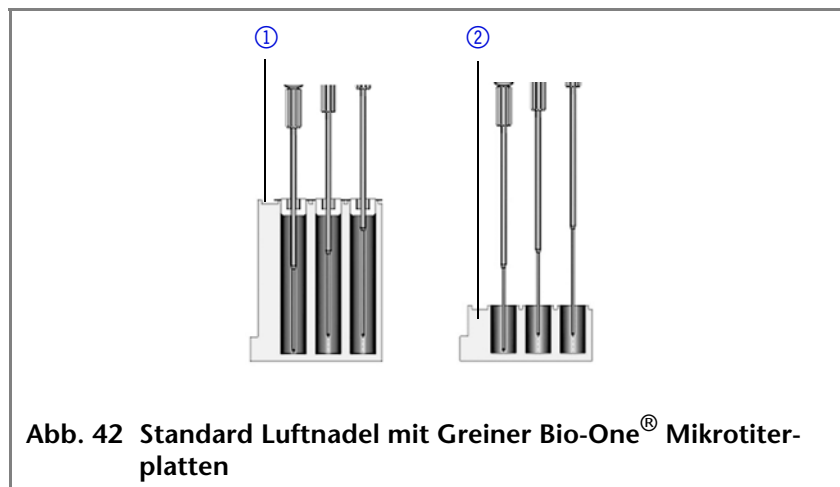


Abb. 42 Standard Luftnadel mit Greiner Bio-One® Mikrotiterplatten

Geeignete Luftnadel auswählen

Zur richtigen Auswahl der Luftnadel folgende Dimensionen berücksichtigen:

Legende

H_t = Höhe der Probenplatte

D_w = Bohrungstiefe

C_d = Dicke der Verschlusskappe

N_h = eingestellte Nadelhöhe

A_c = Abstand der Luftnadelspitze zur Verschlusskappe (min. 2 mm)

? = Überstandslänge

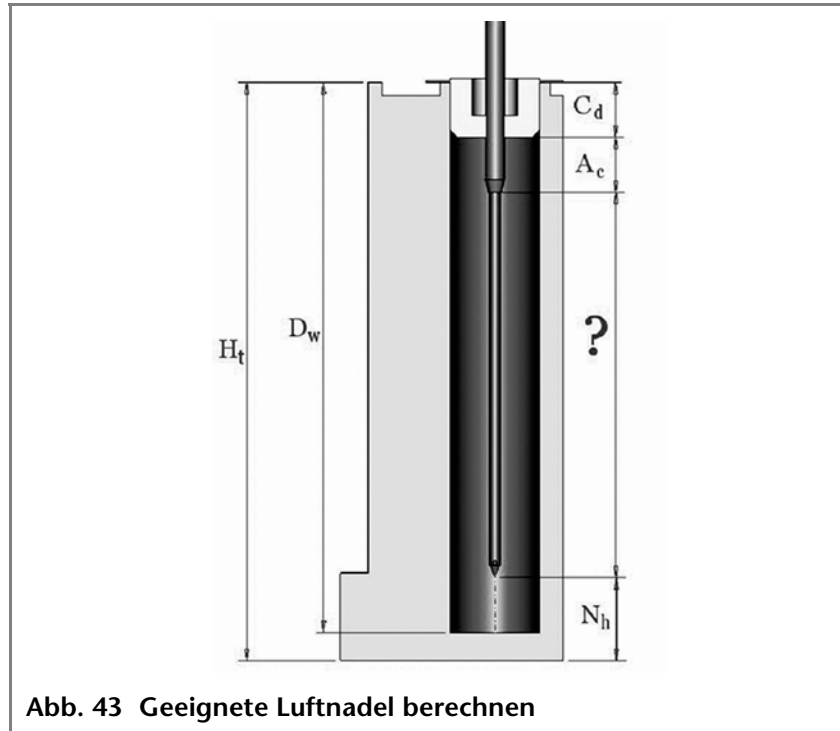


Abb. 43 Geeignete Luftnadel berechnen

Bedingung: $H_t - D_w = 2$ bis 6 mm

Überstandslänge Probennadel:

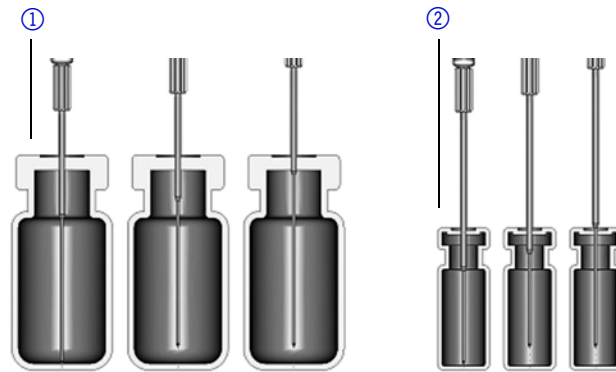
$$H_t - C_d - N_h - A_c = ?$$

Auf Basis der berechneten Überstandslänge geeigneten Nadeltyp auswählen.

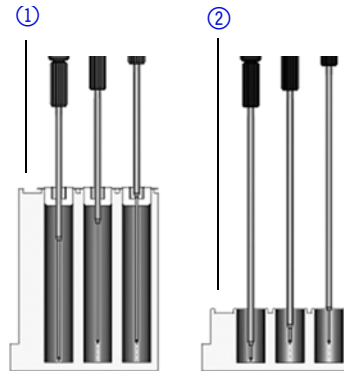
Luftnadeltyp	Überstandslänge
50 mm, gelb	34-40 mm
56 mm, rot	28-34 mm
62 mm, weiß (Standardnadel)	22-28 mm
68 mm, blau	16-22 mm
74 mm, grün	10-16 mm
80 mm, schwarz	4-10 mm

Legende

- ① 10 ml Probenfläschchen,
50 mm Luftnadel
- ② 2 ml Probenfläschchen,
62 mm Luftnadel

**Abb. 44 Ausgewählte Luftnadeln mit Probenfläschchen****Legende**

- ① Tiefe Greiner Bio-One® Mikrotiterplatte mit Verschlusskappe,
56 mm Luftnadel
- ② Flache Greiner Bio-One® Mikrotiterplatte, 80 mm Luftnadel

**Abb. 45 Ausgewählte Luftnadeln mit Greiner Bio-One® Mikrotiterplatten**

Berechnungsbeispiel Luftnadel

Ausgangsbasis:

- Autosampler mit Standardeinstellung für die Nadelhöhe.
- Tiefe Greiner Bio-One® Mikrotiterplatte mit Verschlusskappe.

Dimensionen:

$$H_t = 41,4 \text{ mm}$$

$$D_w = 37,8 \text{ mm}$$

$$C_d = 3,8 \text{ mm}$$

$$N_h = 6,0 \text{ mm (Standard)}$$

$$A_c = 2,0 \text{ mm (Minimum)}$$

Bedingung:

$$H_t - D_w = \text{zwischen 2 und 6 mm}$$

$$H_t - D_w = 41,4 \text{ mm} - 37,8 \text{ mm} = 3,6 \text{ mm. Bedingung erfüllt.}$$

$$H_t - C_d - N_h - A_c = \text{Überstandslänge}$$

$$41,4 \text{ mm} - 3,8 \text{ mm} - 6,0 \text{ mm} - 2,0 \text{ mm} = 29,6 \text{ mm}$$

Luftnadeltyp	Überstandslänge
56 mm, rot	28-34 mm

Eine 56 mm Luftnadel ist erforderlich.

Handhabung der Probenfläschchen

Bei der Handhabung der Probenfläschchen auf folgende Aspekte achten:

- Probenfläschchen mit einer Pipette füllen, um ein Entweichen der Luft zu ermöglichen.
- Probenfläschchen nicht bis zum Rand füllen, damit keine Probe in die Luftnadel gelangt.
- Keine unverschlossenen Probenfläschchen benutzen.
- Nur luftdichte Kappendichtungen verwenden, um die Bildung von Luftblasen und das Verdampfen flüchtiger Bestandteile zu vermeiden.
- Keine Probenfläschchen mit harten Kappen verwenden, die zum Durchstechen mit der Probennadel nicht geeignet sind.

Mischen und Verdünnen

Für den Autosampler kann eine Mischroutine zum Mischen oder Verdünnen von Probenflüssigkeit festgelegt werden.

- Mischroutine und die Spritzengeschwindigkeit mit der Chromatografie-Software konfigurieren.
- Maximal 15 Schritte innerhalb einer Mischroutine konfigurieren.

Drei Aktionsarten sind möglich:

1. Hinzufügen (*Add*)
2. Mischen (*Mix*)
3. Warten (*Wait*)

Hinzufügen	Beim Hinzufügen wird das definierte Volumen entweder aus dem Probenfläschchen, dem Fläschchen mit <i>Reagent A</i> oder mit <i>Reagent B</i> oder mit Spülflüssigkeit gesaugt und in das Ziel-Fläschchen abgegeben.
Hinweis	Zur Vermeidung von Verschleppungen entnimmt der Autosampler dem entsprechenden Probenfläschchen 125% des angegebenen Volumens und nutzt die zusätzlichen 25% zum Spülen von Schlauch und Nadel.
Mischen	Beim Mischen wird der Inhalt eines bestimmten Probenfläschchens durch n-maliges Ansaugen und Abgeben des definierten Volumens gemischt. Ist kein Zielfläschchen definiert, erfolgt das Mischen im aktuellen Probenfläschchen.
Hinweis	Bei Eingabe des <i>Sample Vials</i> wird automatisch das <i>Destination Vial</i> genutzt.
Warten	Beim Warten wird die Ausführung des nächsten Programmschritts zur Gewährleistung einer Reaktionszeit um die programmierte Zeit verzögert.

Beispiel: Hinzufügen

Der Befehl *ADD 100 µl from Reagent A to Destination* (100 µl *Reagenz A* zum Zielfläschchen hinzufügen) löst folgende Schritte aus:

1. Ansaugen eines Luftsegments von 5 µl um die Spüllösung im Pufferschlauch vom *Reagent A* zu trennen.
2. Ansaugen von 50 µl *Reagent A* zum Spülen von Schlauch und Nadel.
3. Leeren der Spritze durch den Abfallschlauch in den Abfallbehälter.
4. Ansaugen von 100 µl *Reagent A* und Abgabe in das Zielfläschchen.
5. Spülen von Schlauch und Nadel mit Spüllösungsmittel.

Beispiel: Mischen

Bei einer vorausgehenden Aktion *ADD ... to Destination* wird im Zielfläschchen gemischt. Bei einer vorausgehenden Aktion *ADD ... to Sample* wird im Probenfläschchen gemischt.

Der Befehl *MIX 3 times with 100 µl* (dreimal mit 100 µl mischen) löst folgende Schritte aus:

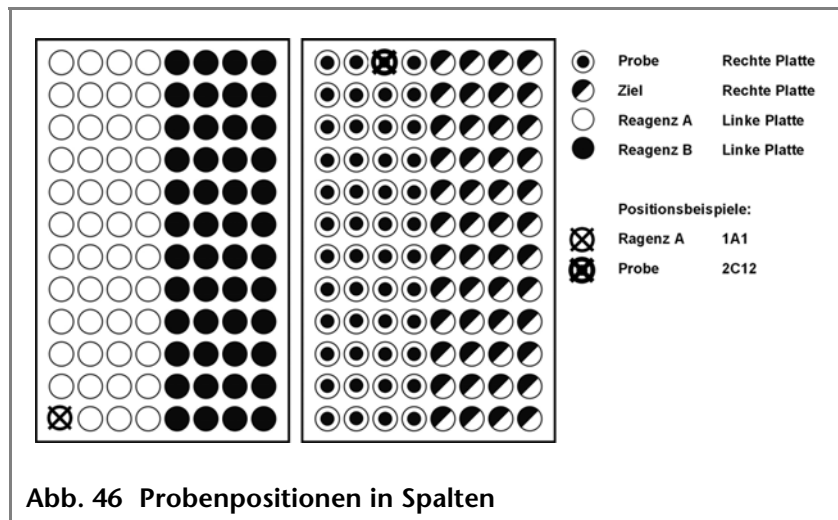
1. Ansaugen eines Luftsegments von 50 µl um die Spüllösung im Pufferschlauch von der zu mischenden Probenlösung zu trennen.
2. Leeren der Spritze durch den Abfallschlauch in den Abfallbehälter.
3. Ansaugen von 100 µl Lösung und Abgabe in das gleiche Probenfläschchen.
4. Zweimaliges Wiederholen des 3. Schritts.
5. Spülen von Schlauch und Nadel mit Spüllösungsmittel.

Probenpositionen in der Mischroutine

Bei der Konfiguration von Mischroutinen sind die Positionen der Probenfläschchen davon abhängig, ob die Bearbeitung der Probenplatten in Reihen oder Spalten erfolgt.

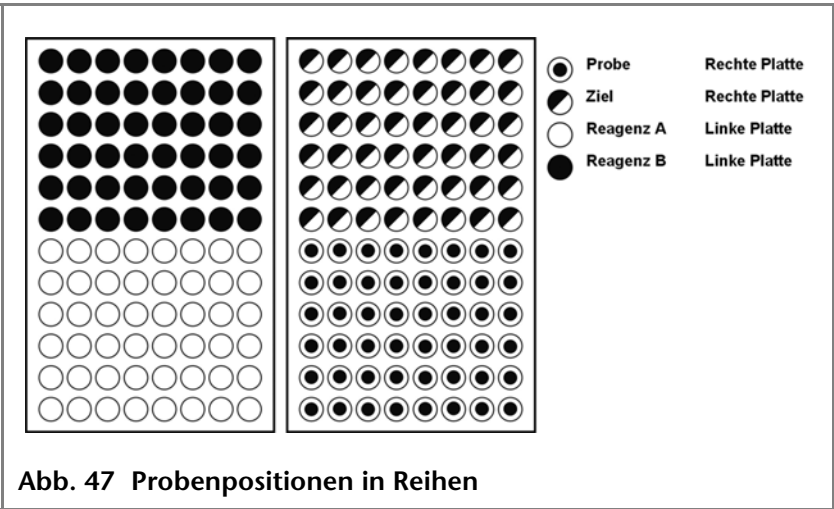
Bearbeitung in Spalten

Bei der Bearbeitung in Spalten sind folgende Positionen für *Probe*, *Ziel*, *Reagenz A* und *Reagenz B* möglich:



Bearbeitung in Reihen

Bei der Bearbeitung in Reihen sind folgende Positionen für *Probe*, *Ziel*, *Reagenz A* und *Reagenz B* möglich:

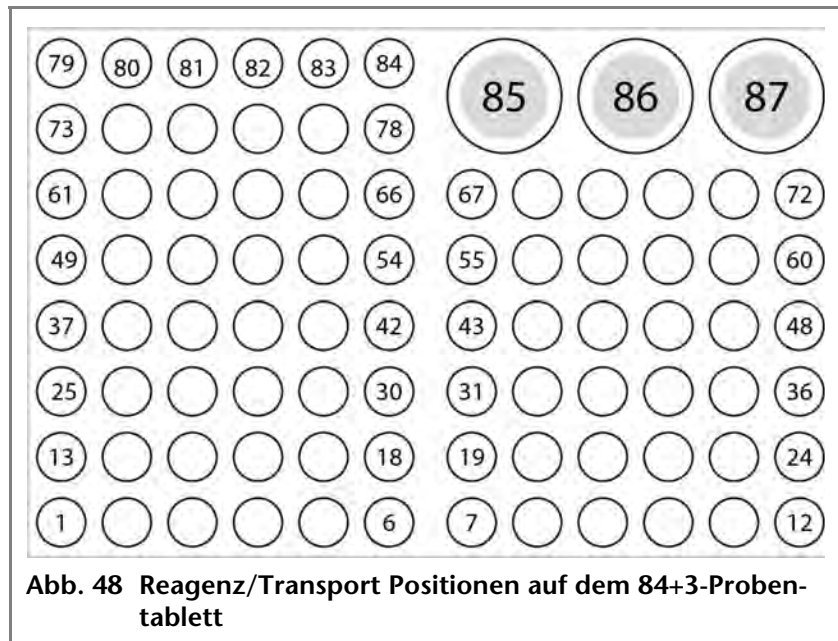


Parameter für die Mischmethode mit dem 84+3-Probentablett

Um das 84+3-Probentablett zu verwenden, müssen die Proben-tablett-Einstellungen in der Software geändert werden.

Für das 84+3-Probentablett sind die Positionen der Proben wie folgt festgelegt:

Position der ersten zu bearbeitenden Probe:	Fläschchenpositio- nen 1-84
Position der letzten zu bearbeiten- den Probe:	Fläschchenpositio- nen 1-84
Erste zu bearbeitende Zielposition:	Fläschchenpositio- nen 1-84
Reagenzpositionen:	Fläschchenpositio- nen 85-87



Der Probenbereich wird durch die Definition der ersten und letzten Probe angegeben. Derselbe Bereich kann auch für die Zielfläschchen verwendet werden. Die Reagenzpositionen sind fix (Fläschchen 85, 86, 87).

Details zur Programmierung für die 84+3 Mischmethode

- Die Position der Reagenzfläschchen kann programmiert werden. Mögliche Positionen sind 85, 86 und 87. Die Standardpositionen für die Transportfläschchen sind 86 für Reagenz A und 87 für Reagenz B. Die Anlage berechnet das erforderliche Reagenzvolumen. Bitte stellen Sie beim Start der Anlage stets sicher, dass die Fläschchen mindestens 8000 µl enthalten.
- Die Füllstände der Reagenzflüssigkeit werden bei Start eines Laufes nicht zurückgesetzt. Um eine Verunreinigung der Luftnadel zu vermeiden, hält die Nadel im Reagenzfläschchen auf der oberen Position an.
- Bei Bearbeitung einer Probenserie bzw. einer Probe pro Reihe berücksichtigt der Autosampler das verbleibende Volumen der Reagenzien während des Laufs. Unterschreitet das Volumen den Wert von 4000 µl, fährt die Nadel tiefer in das Reagenzfläschchen. Wenn die Menge der Reagenzien den Wert von 0 µl erreicht, meldet der Autosampler Fehlercode 370 (nicht genügend Reagenzflüssigkeit vorhanden).
- Die Füllmengen für die Reagenzflüssigkeit werden durch die Neuprogrammierung des Modus zurückgesetzt.
- Reagenz wird nur von der programmierten Position entnommen. Die Nadel fährt nicht automatisch zu einem anderen Reagenzfläschchen. Wenn ein Reagenz von den beiden anderen Fläschchen entnommen werden soll, so ist diese Einstellung zu programmieren.

Kapillar- und Schlauchanschlüsse

Hinweis Vor dem Anschließen der Säule System spülen.

Das Anschluss-Schema im Innenteil des Autosamplers illustriert die korrekten Anschlüsse:

Legende

- ① Abfallschlauch
- ② Spülflüssigkeitsbehälter
- ③ Pufferschlauch
- ④ Probenschleife
- ⑤ Säule
- ⑥ Pumpe
- ⑦ Injektionsnadel
- ⑧ Position: Injektion
- ⑨ Position: Laden

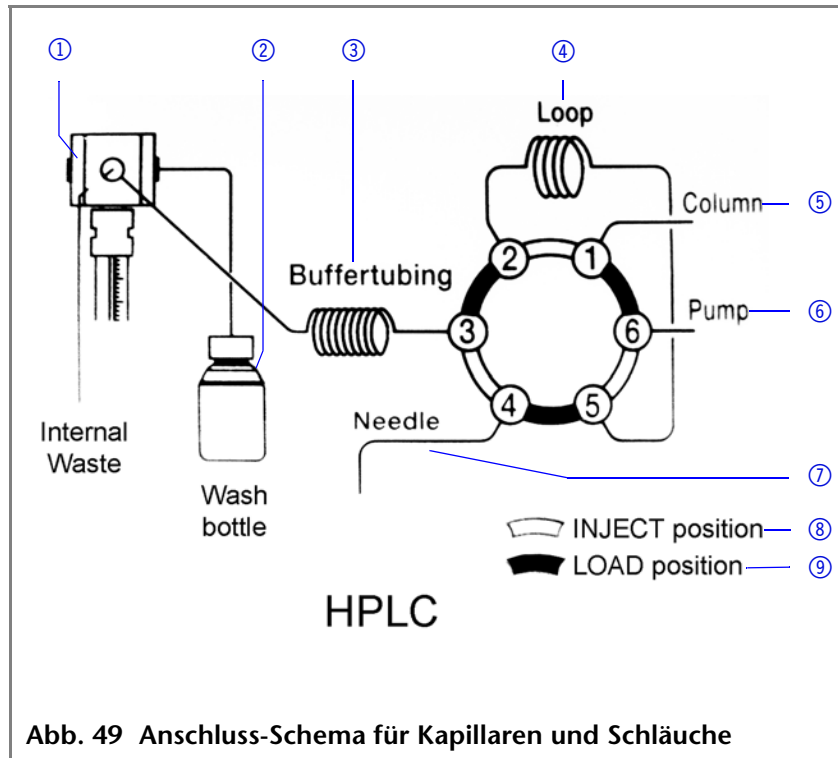


Abb. 49 Anschluss-Schema für Kapillaren und Schläuche

Injektionsventil anschließen

Legende

- ① Anschluss Edelstahlkapillare zur Säule
- ② Anschluss Probenschleife
- ③ Anschluss Pufferschlauch zur Spritze
- ④ Anschluss Kunststoff-Kapillare zur Injektionsnadel
- ⑤ Anschluss Probenschleife
- ⑥ Anschluss Edelstahlkapillare zur Pumpe

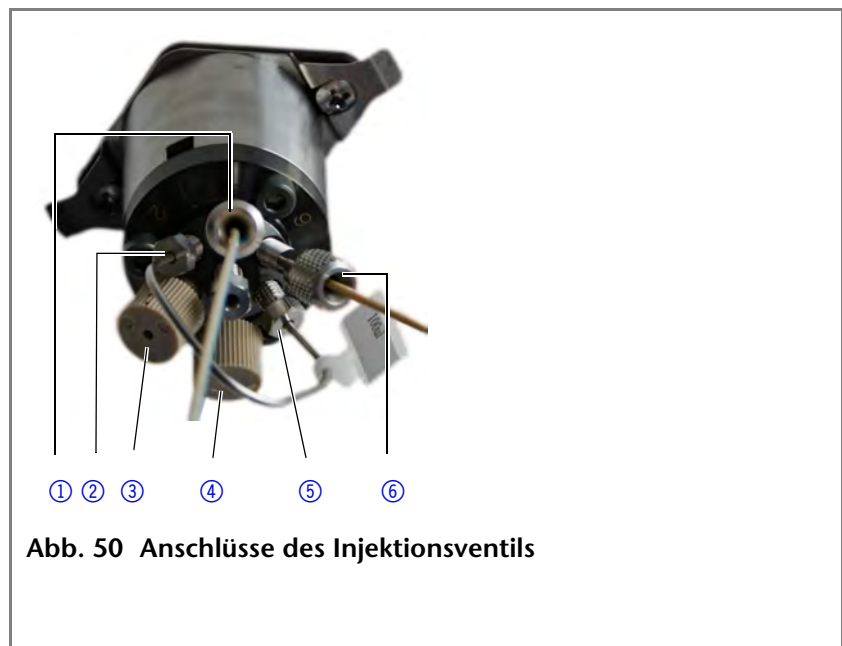


Abb. 50 Anschlüsse des Injektionsventils

Spritze anschließen

Legende

- ① Anschluss des Schlauchs für die Transportflüssigkeit
- ② Anschluss Pufferschlauch
- ③ Anschluss des Schlauchs für das Spüllösungsmittel

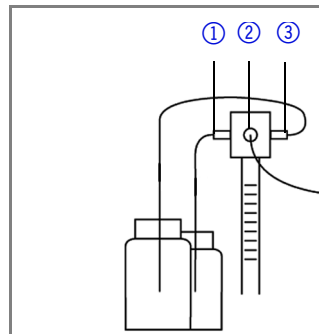


Abb. 51 Anschlüsse der Spritze

Schlauchführung für Spüllösungsmittel

Hinweis

Schlauchführung im Auffangbehälter für Spüllösungsmittel nutzen, um die waagerechte Bewegung der Nadeleinheit nicht zu behindern.

Legende

- ① Schlauchführung für Spüllösungsmittel
- ② Auffangbehälter mit Aussparung für Schlauchführung (Spüllösungsmittel)

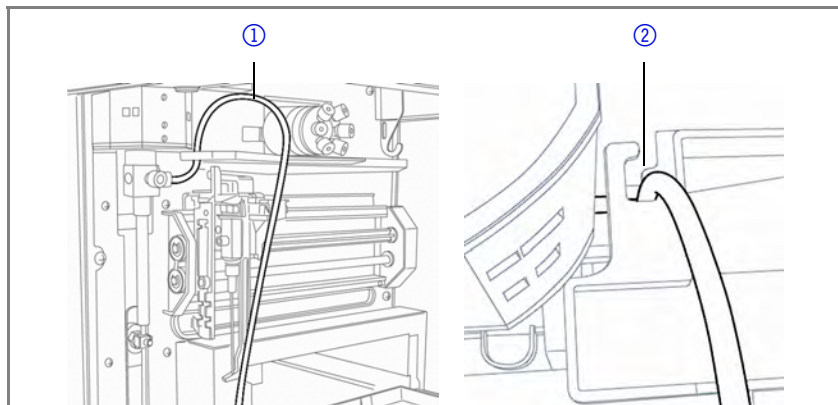


Abb. 52 Schlauchführung für Spüllösungsmittel-Schlauch

Ableitungsschläuche anschließen

Die Ableitung für den Abfall dient dem Abtransport aller Spülflüssigkeiten und nicht injizierter Probenlösungen.

- Kondenswasser- und Abfallschlauch an der Geräte-Vorderseite anschließen.
- Adapter anschließen und das Schlauchende in einen Behälter führen, der auf dem Boden steht.

Hinweis Darauf achten, dass die Ableitungsschläuche nicht geknickt sind, damit die Flüssigkeit abfließen kann.

Legende

- ① Schlauch für Abfallflüssigkeit
- ② Schlauch für Kondenswasser
- ③ Adapter für Ableitungsschlauch

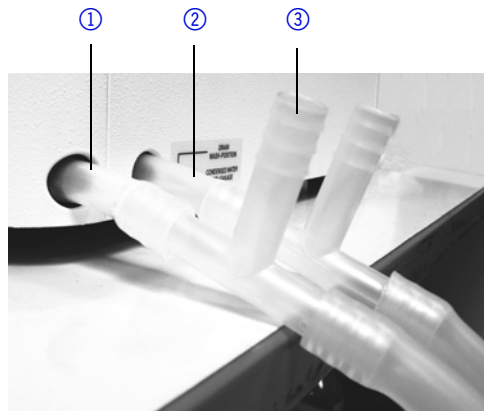


Abb. 53 Ableitungsschläuche anschließen

PEEK-Anschlüsse

Einwegartikel PEEK-Schraubverbindungen

- Einteilige Einwegartikel aus Polyetheretherketon (PEEK) für die einfachere Montage von flexiblen Kapillaren (Außendurchmesser 0,5 mm)
- Anzugsmoment der PEEK-Schraube: von Hand festgeschraubt (ca. 0,5 Nm)

Verbindung des Autosamplers mit anderen Geräten

Steuerung des Autosamplers mit Chromatografie-Software

Der Autosampler wird direkt mit Chromatografie-Software gesteuert, zum Beispiel ChromGate® und ClarityChrom® von KNAUER.

Autosampler über den LAN-Anschluss auf der Geräte-Rückseite mit dem Netzwerk verbinden.

Parameter des Autosamplers prüfen und einstellen

In der Chromatografie-Software werden die Parameter des Autosamplers eingestellt; zum Beispiel mit ClarityChrom®:

1. Autosampler im lokalen Netzwerk (LAN) auswählen.
2. Spritzenvolumen (Syringe volume) einstellen, wahlweise 250 µl (Standard) oder 500 µl.
3. Seriennummer des Autosamplers eingeben.
4. Kühloption auswählen, wenn der Autosampler mit einer Probekühlung ausgestattet ist.

Konfigurationsfenster ClarityChrom®

Legende

- ① Seriennummer
- ② Geräteerkennung im lokalen Netzwerk
- ③ Manuelle Suche des Geräts im Netzwerk
- ④ Volumen der Probenschleife
- ⑤ Volumen der Spritze

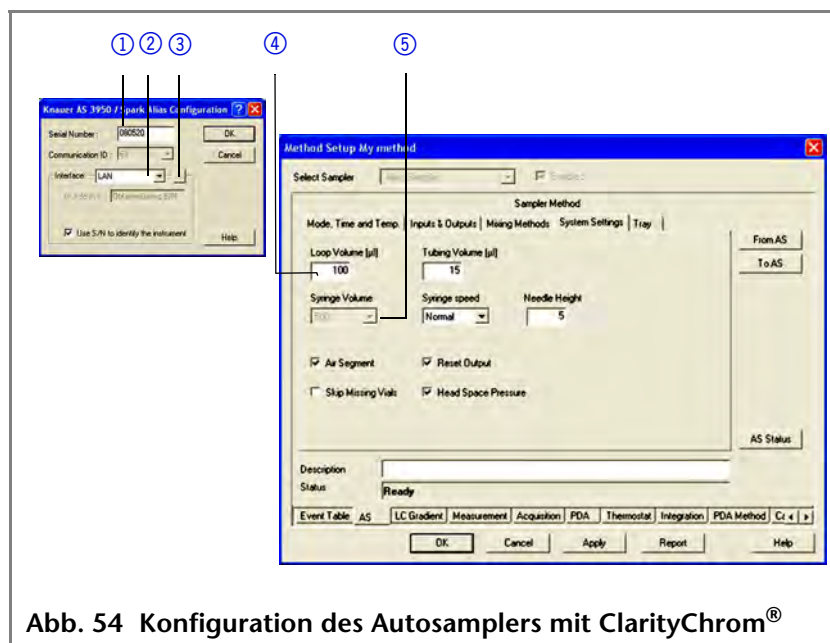


Abb. 54 Konfiguration des Autosamplers mit ClarityChrom®

Autosampler Geräte-Software

Dem Autosampler ist eine Software-CD mit dem *Autosampler 3950 Service Manager* beigelegt. Mit dieser Software kann das Gerät geprüft und gesteuert werden. Diese Einstellungen können ebenfalls mit der Chromatografie-Software vorgenommen werden, so dass es nicht zwingend erforderlich ist, den *Service Manager* zu installieren.

Waschen des Systems

Vor dem Anschließen der Säule sollte das System gewaschen werden. Das Waschen des Systems kann mit der Chromatografie-Software oder dem *Autosampler 3950 Service Manager* gesteuert werden.

Hinweis KNAUER empfiehlt als Waschlösung eine Mischung aus Wasser und Isopropanol (80%/20%) oder die Verwendung der mobilen Phase.

Die folgenden Schritte werden bei Einsatz des *Service Manager* erläutert.

Systemspülung mit *Autosampler 3950 Service Manager*

1. *Autosampler 3950 Service Manager* installieren.
2. Waschlösung in eine Lösungsmittelflasche füllen und mit Helium oder in einem Ultraschallbad entgasen.
3. Schlauch für die Waschflüssigkeit in die Lösungsmittelflasche einführen.
4. Menü *Alias* ⇒ *Direct Control* auswählen.
5. Im Feld *Syringe* auf *End* klicken. Ein Spritzenvolumen wird durch den Waschflüssigkeits-Schlauch in die Spritze gesaugt.
6. Im Feld *Syringe* auf *Home* klicken. Der Spritzen-Inhalt wird in den Abfallschlauch entleert.
7. Schritt 5 und 6 wiederholen, bis Spritze und Waschflüssigkeits-Schlauch vollständig gefüllt sind.
8. Im Feld *Initial wash* auf *Start* klicken. Alle Schläuche, die mit der Spritze verbunden sind, werden gewaschen.
9. Im Feld *Initial wash* auf *Stop* klicken.
10. Auf *Close* klicken, um das Fenster *Direct Control* zu verlassen.

Praxistipp! Zusätzlichen Waschvorgang ausführen, um die gesamte Luft aus der Spritze zu entfernen.

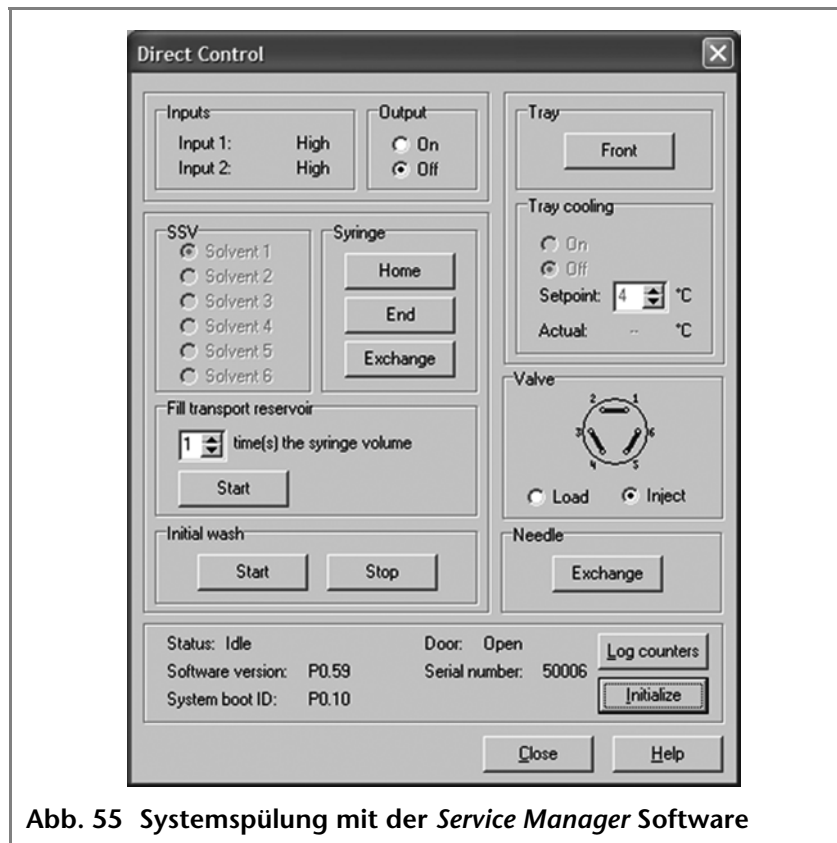


Abb. 55 Systemspülung mit der *Service Manager* Software

I/O-Anschluss

Der Autosampler hat standardmäßig einen I/O-Anschluss, der TTL-Eingänge (low-aktiv) und einen Kontaktschlussausgang unterstützt. Geräte ohne LAN- Anschluss, welche ein Triggersignal für die Injektion benötigen, können über den I/O-Anschluss verbunden werden.

Die TTL-Eingänge ermöglichen die Steuerung des Autosamplers durch andere Geräte und werden über die Instrumentenmethode der Chromatografie-Software definiert.

Hinweis Autosampler nur an Geräte anschließen, welche die erforderlichen Sicherheitsstandards erfüllen!

TTL-Eingänge definieren

- *Next Injection Input:* Injektionssequenz wird gestartet. Nach dem Ende der Injektionssequenz wartet der Autosampler auf das nächste Startsignal.
- *Freeze Input:* Die Analysenzeit wird angehalten. Der Autosampler führt das konfigurierte Programm bis zur Füllung der Probenschleife aus. Die Injektion erfolgt jedoch erst, wenn der Eingang deaktiviert wird.
- *Stop Input:* Bricht einen Analyse-Vorgang sofort ab.

Kontaktschlussausgang definieren

- *Inject Marker*: Kontaktschlussausgang wird aktiviert, wenn das Injektionsventil von *LOAD* zu *INJECT* schaltet.
- *Alarm*: Kontaktschlussausgang wird aktiviert, wenn ein Fehler am Autosampler auftritt.
- Auxiliary: -

Belegung I/O-Anschluss (9-polig)

Erläuterung	Kabelfarbe
1. Ausgang, Injektion starten	rot im dreiadrigen Kabel
2. Ausgang, Injektion starten	schwarz im dreiadrigen Kabel
3. Eingang 1, programmierbarer Eingang zum Anhalten der Injektionen (low-aktiv)	rot im vieradrigen Kabel
4. Eingang 2, programmierbarer Eingang zum Anhalten der Injektionen (low-aktiv)	schwarz im vieradrigen Kabel
5. Nicht belegt	-
6. Ausgang	braun im dreiadrigen Kabel
7. Nicht belegt	-
8. Masse, für Eingang 1 und 2	orange im vieradrigen Kabel
9. Masse, für Eingang 1 und 2	braun im vieradrigen Kabel

Gerätetest

Um eine gleichbleibende hohe Qualität der Analysenergebnisse zu erzielen, ist die Reproduzierbarkeit des Probenvolumens von entscheidender Bedeutung.

- Regelmäßig das Leistungsspektrum des Autosamplers mit Chromatografie-Software testen.
- Wenn der Gerätetest ergibt, dass der Autosampler nicht die Anforderungen erfüllt, das Gerät als defekt kennzeichnen und nicht mehr einsetzen.
- Erst nach Wartung bzw. Reparatur und Gerätetest den Autosampler wieder einsetzen.

Testintervall

Gerätetest in folgenden zeitlichen Abständen durchführen:

- Durchschnittliche Nutzung von 1-5 Tage/Woche: Gerätetest alle 6 Monate
- Durchschnittliche Nutzung mehr als 5 Tage/Woche bzw. 24 Stunden/Tag: Gerätetest alle 3 Monate
- Betrieb mit Pufferlösungen oder sonstigen Salzlösungen: Gerätetest alle 3 Monate

Geräte und Komponenten für den Test

- Autosampler 3950, Standardversion mit 100 µl Probenschleife und 500 µl Spritze
- HPLC Pumpe, 1 ml/min Flussrate
- UV-Detektor (Datenrate möglichst 50 Hz, anderenfalls 10 Hz, Messzelle: 10 mm Pfadlänge)
- Chromatografie-Software
- Fließmittel: 90 % Wasser, 10 % Methanol (HPLC-Qualität)
- Testlösung (Probe):
 - a: 50 ppm Uracil, gelöst in Wasser (HPLC-Qualität)
 - b: 250 ppm Uracil, gelöst in Wasser (HPLC-Qualität)
- Waschflüssigkeit:
 - 80 % Wasser, 20 % Isopropanol (HPLC-Qualität)
 - alternativ: 80 % Wasser, 20 % Methanol (HPLC-Qualität)
- Restriktionskapillare:
 - Innendurchmesser 0,25 mm
 - Länge 200 cm

Hinweis Fließmittel entgasen, um Funktionsstörungen durch vorhandene Luftblasen zu vermeiden.

1. Reproduzierbarkeit des Probenvolumens

Der Variationskoeffizient darf 0,5 % nicht überschreiten.

- HPLC-Pumpe, UV-Detektor und Autosampler mit der Chromatografie-Software konfigurieren
- 10 µl Testlösung *a* (50 ppm Uracil, gelöst in Wasser) injizieren

Standardeinstellung des Autosamplers

- Loop volume: 100 µl
- Tubing volume: 15 µl
- Syringe volume: 500 µl

Methoden-Parameter der Pumpe

- Flow: 1 ml/min
- Time: 1 min

Methoden-Parameter des Autosamplers

- Injection method: Partial loopfill
- Syringe speed: normal
- Flush volume: 30 µl, (40 µl bei Mikrotiterplatten)
- Needle Wash: active 2 times
- Air segment: yes
- Headspace pressure: yes
- Injections/vial: 9 (7 for micro titer plates)
- Inj. volume: 2 µl
- Vial Position: 1A1. Start the single run with

Methoden-Parameter des UV-Detektors

- Wavelength: 254 nm
- Sampling rate: möglichst 50 Hz, anderenfalls 10 Hz
- Time: 0,5 min

Wiederholungsläufe des Autosamplers konfigurieren

- Injections/vial: 9x (7x bei Mikrotiterplatten)
- Inj. volume: 10 µl

Wiederholungsläufe starten

1. Fläschchen mit mindestens 500 µl Testlösung auf Position 1A1 der Probenplatte stellen.
2. Wiederholungsläufe starten.

Einzelchromatogramme auswerten

1. Mittelwert der Messwerte der *Peak*-Flächen berechnen.
2. Variationskoeffizient VK_1 berechnen.
3. Ergebnisse in das Formular *Test Report* eintragen.

Formel zur Ermittlung des arithmetischen Mittelwerts

$$\overline{Peakareas} = \frac{\sum_{i=1}^n Peakareas_i}{n}$$

- Formel zur Ermittlung der Standardabweichung ($i = 1-9$):

$$\sigma_{n-1} = \sqrt{\frac{\sum (Peakarea_i - \overline{Peakareas})^2}{n-1}}$$

- Formel zur Ermittlung des Variationskoeffizienten:

$$VK_1 = \frac{\sigma_{n-1}}{\overline{peakarea}} \times 100 \%$$

2. Probenverschleppung

Die Probenverschleppung darf 0,3 % nicht überschreiten.

- Abwechselnd 10 µl Testlösung *b* (250 ppm Uracil, gelöst in Wasser) und Fließmittel injizieren
- Position Probenfläschchen: 1A1
- Position Fließmittel: 1A2
- Injektionsvolumen: 10 µl

Sequenz mit 6 Zeilen erstellen

- Testlösung: Position 1A1
- Fließmittel: Position 1A2
- Injektionsvolumen: 10 µl
- Wiederholungen: 1

Hinweis

Bei Mikrotiterplatten 6 fortlaufenden Positionen wählen, die abwechselnd mit Testlösung und Fließmittel befüllt werden.

Einzelchromatogramme auswerten

1. Mittelwert der Messwerte der *Peak*-Flächen berechnen.
2. Mittelwert der Fließmittelinjektion ins Verhältnis setzen zum Mittelwert der Testlösungsinjektion.
3. Ergebnisse in das Formular *Test Report* eintragen.

Formel zur Ermittlung der Probenverschleppung

$$PV = \frac{\sum_i \frac{Peakarea_{i\text{ Fließmittel}}}{3}}{\sum_i \frac{Peakarea_{i\text{ Testlösung}}}{3}} \times 100 \%$$

3. Linearität

Um die Linearität zu bestimmen, wird der Korrelationskoeffizient der Regressionsgeraden aus den Messwerten der *Peak*-Flächen und des Injektionsvolumens ermittelt.

Der Korrelationskoeffizient darf 0,998 % nicht überschreiten.

- Jeweils 10, 20, 30, 40 und 50 µl Testlösung *b* (250 ppm Uracil, gelöst in Wasser) injizieren
- Position Probenfläschchen: 1A1
- Injektionsvolumen: 10 µl, 20 µl, 30 µl, 40 µl, 50 µl
- Wiederholung: 3

Hinweis Bei Mikrotiterplatten fortlaufende Positionen mit Testlösung befüllen.

Einzelchromatogramme auswerten

1. Korrelationskoeffizient *r* der Regressionsgeraden aus den Messwerten der *Peak*-Flächen und des Injektionsvolumens berechnen.
2. Ergebnisse in das Formular *Test Report* eintragen.

Formel zur Ermittlung des Korrelationskoeffizienten

$$r = \frac{\sum x_i y_i - n \bar{x} \bar{y}}{\sqrt{(\sum x_i^2 - n \bar{x}^2)(\sum y_i^2 - n \bar{y}^2)}}$$

y_i = Y-Wert von Messwert i (Injektionsvolumen)

x_i = X-Wert von Messwert i (Peakfläche)

\bar{y} = arithmetisches Mittel von Y über alle n Messwerte

\bar{x} = arithmetisches Mittel von X über alle n Messwerte

n = Anzahl der Messwertepaare

4. Mischtest

Zur Erstellung einer Mischmethode den Anweisungen im Handbuch der Chromatografie-Software folgen.

- Der Variationskoeffizient VK_2 für Testlösung darf 0,5 % nicht überschreiten.
- Der Variationskoeffizient VK_3 für Verdünnung darf $\leq 0,5$ % nicht überschreiten.
- Der Verdünnungsfaktor $F10$ soll im Bereich $9,85 < x < 10,25$ liegen.
- Testlösung: 10 μ l (50 ppm Uracil, gelöst in Wasser)
- Zur Injektion der Verdünnung unter *Mix methods* eine Mischmethode erstellen, bei der 40 μ l der Testlösung mit 360 μ l Fließmittel gemischt werden.
 - Verdünnung: 10 μ l, 5 ppm Uracil in deionisiertem Wasser gelöst
- Jeweils dreimal 10 μ l Testlösung und 10 μ l Verdünnung injizieren.

Sequenz mit 2 Zeilen erstellen

- Injektionsvolumen: 10 μ l
- Wiederholungen: 3

Fläschchen für Verdünnung positionieren

- Option *Columns* (Spalten) in der Chromatografie-Software zur Positionierung der Fläschchen auf den Probenplatten auswählen.
- Fläschchen mit Testlösung (*Probe*) auf Position 2A1 der Probenplatte stellen.
- Leeres Fläschchen (*Ziel*) auf Position 2A5 der Probenplatte stellen.
- Fläschchen mit Fließmittel (*Reagenz A*) auf Position 1A1 der Probenplatte stellen.

Hinweis Platteneinteilung für die Fläschchen beachten (*Probe, Reagenz A, Reagenz B, Ziel*).

Einzelchromatogramme auswerten

1. Mittelwert der Messwerte der *Peak*-Flächen für Testlösung und Verdünnung berechnen.
2. Variationskoeffizient VK_2 berechnen.
3. Variationskoeffizient VK_3 berechnen.
4. Verdünnungsfaktor *F10* aus dem Verhältnis der Mittelwerte der *Peak*-Flächen der Testlösung und der Verdünnung berechnen.
5. Ergebnisse in das Formular Test Report eintragen.

Archivierung

- Alle Testergebnisse in das Formular *Test Report* eintragen.
- Seriennummer, Datum des Tests, Datum des nächsten Tests und Name des Testers eintragen.
- Formular *Test Report* im Geräte-logbuch abheften.

Test Report

Modul	Autosampler	
Autosampler 3950	Standard <input type="checkbox"/>	Probenkühlung <input type="checkbox"/>
Seriennummer		

Nr.	Test	Einstellung	Spezifikation	Ergebnis
1	Reproduzierbarkeit	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Neunmal 10 µl Testlösung injizieren. ▪ Mikrotiterplatte: siebenmal 10 µl Testlösung injizieren. 	$VK_1 \leq 0,5 \%$	
2	Verschleppung	Dreimal abwechselnd 10 µl Testlösung und 10 µl Fließmittel injizieren.	$PV \leq 0,3 \%$	
3	Linearität	Jeweils dreimal 10, 20, 30, 40 und 50 µl Testlösung injizieren.	$r \geq 0,998$	
4	Mischtest	Jeweils dreimal 10 µl Testlösung und vom Autosampler erzeugte 10 µl Verdünnung injizieren.	$VK_2 \leq 0,5 \%$ $VK_3 \leq 0,5 \%$ $F10: 9,85 < x < 10,25$	

Datum:

Datum nächster Gerätetest:

Tester:

Operation Qualification (OQ) mit ChromGate®

Ausführlicher Funktionstest	Ausführlicher Test der Funktionalität des Autosamplers mit Chromatografie-Software ChromGate®.
OQ starten	<ol style="list-style-type: none"> 1. <i>Control</i>⇒<i>Qualification procedures</i> wählen. Es öffnet sich das Fenster für die Auswahl eines Leistungsnachweises im Bereich <i>Available procedures</i>. 2. Im Fenster <i>Available procedures</i> OQ-Test für den Autosampler und <i>Begin new Qualification Session</i> wählen. 3. <i>[Start Session]</i> wählen. Es öffnet sich das Fenster <i>Introduction</i> für den Funktionstest. 4. <i>[Continue]</i> wählen, um sich die benötigten Materialien von der Chromatografie-Software anzeigen zu lassen. 5. <i>[Continue]</i> wählen, um sich die Einstellungen für den OQ-Test in der Chromatografie-Software anzeigen zu lassen.
Automatischen Test auswählen	<ol style="list-style-type: none"> 6. <i>Perform all tests automatically</i> wählen. 7. <i>Active channel</i> des Detektors wählen. 8. Pumpe wählen und mit <i>[Continue]</i> die Einstellungen übernehmen.
OQ starten	<ol style="list-style-type: none"> 9. <i>[Continue]</i> wählen, um den Funktionstest auszuführen. Die Chromatografie-Software setzt die Flussrate auf 1 ml/min und die Wellenlänge des Detektors auf 274 nm. Das Testergebnis können Sie sich ausdrucken.
Ergebnis des Funktionstests ausdrucken	<ol style="list-style-type: none"> 10. <i>[Print report]</i> wählen, um den Funktionstest des Autosamplers auszudrucken.
OQ beenden	<ol style="list-style-type: none"> 11. <i>[Exit]</i> wählen, um den Funktionstest des Geräts zu beenden.

Operation Qualification Report

Legende

- ① Detailinformationen des Autosamplers
- ② Detaillierter Funktionstest
- ③ Datum und Felder für Unterschrift und weitere Hinweise

Page 1 of 1

OPERATION QUALIFICATION REPORT

Device Info

Module	Autosampler
Type	S3950
Serial Number	CZA082200001

Function Test

No.	Test	Settings	Specification	Result
1	Reproducibility	For the sample volume reproducibility the prepared uracil solution a (50 ppm) is injected again with an injection volume of 2 µl.	The variation coefficient may not exceed 2 %.	Test successful 1,229 %
2	Carryover	Inject Uracil and Eluent by turns. Calculate sample carry-over percent.	The sample carryover percent may not exceed 1 %.	Test successful 0,944 %
3	Linearity	Injection of 5 test solutions.	Correlation coefficient R ≥ 0,97	Test successful R = 1,000

Date of inspection: 6 January 2010
 Next inspection on: _____
 Inspector: _____
 Signature: _____

Abb. 56 Operation Qualification Report

Wartung und Pflege

Kontakt zur Kundenbetreuung

Die technische Kundenbetreuung ist auf folgenden Wegen zu erreichen:

Telefon +49 30 809727-111

Fax +49 30 8015010

E-Mail support@knauer.net

Anfragen können in Englisch oder Deutsch gestellt werden.

Wartungsvertrag

Folgende Wartungsarbeiten am Gerät sind ausschließlich von KNAUER oder einer von KNAUER autorisierten Firma auszuführen und Teil eines separaten Wartungsvertrags:

- Gerät öffnen
- Gehäuseteile entfernen

Was darf ein Anwender am Gerät warten?

Folgende Wartungen können Anwender selbständig durchführen:

- Sicherungen wechseln
- Luft- und Probennadel wechseln
- Injektionsventil wechseln
- Probenschleife wechseln
- Rotordichtungen wechseln
- Kapillare und Schläuche wechseln

**VORSICHT! Wartungsarbeiten an eingeschalteten Geräten können zu Geräteschäden führen.
Netzschalter ausschalten und Netzstecker ziehen.**

Leckagen an den Kapillarverschraubungen

Hinweis Treten nach Wartungsmaßnahmen und ordnungsgemäßer Montage an den Kapillarverschraubungen Leckagen auf, sind diese durch neue Verbindungskapillaren zu ersetzen.

Sicherungen wechseln

1. Autosampler ausschalten und Netzstecker entfernen, um das Gerät vollständig von der Stromversorgung zu trennen.
2. Sicherungen aus dem Sicherungsfach auf der Geräte-Rückseite nehmen.
3. Neue Sicherungen einsetzen (2 x 2,5 A).
4. Netzstecker einstecken.

Wechsel des Injektionsventils und der Rotordichtung

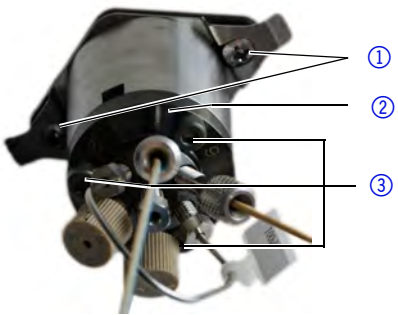
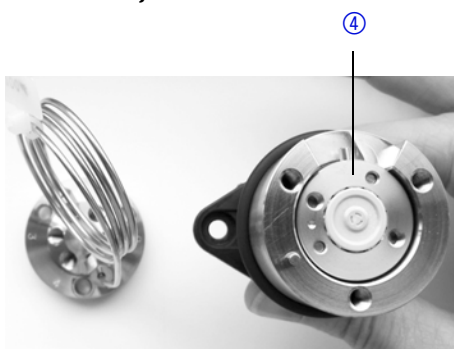
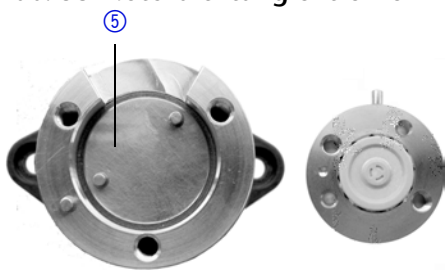
- Rotordichtung des Injektionsventils regelmäßig reinigen
- Rotordichtung regelmäßig wechseln (ca. alle drei Jahre)
- Frontverkleidung des Autosamplers entfernen
- Kapillaranschlüsse mit Ausnahme der Probenschleife vom Ventil entfernen
- Beim Ausbau alle Schrauben nacheinander jeweils um eine halbe Drehung lösen, bis sie entfernt werden können

Hinweis

Nicht die Schraube entfernen, welche sich in der Aussparung der Abdeckplatte diagonal zum Ventil befindet!

Injektionsventil und Rotordichtung ausbauen

Vorgehensweise

Ablauf	Abbildung
<ol style="list-style-type: none"> 1. Mit einem Schraubendreher die Schraube ① auf beiden Seiten der Halterung des Injektionsventils herausdrehen. 2. Injektionsventil entfernen. 3. Mit einem Schraubendreher Innensechskant die Schrauben ③ aus dem Stator ② herausdrehen. 4. Vorsichtig den Stator entfernen. 5. Rotordichtung ④ vom Rotor ⑤ entfernen. 6. Rotordichtung reinigen oder wechseln. 	 <p>Abb. 57 Injektionsventil ausbauen</p>  <p>Abb. 58 Rotordichtung entfernen</p>  <p>Abb. 59 Rotor und Rotordichtung</p>

Injektionsventil einbauen

- Injektionsventil beim Einbau mit der Bohrung für den Anschluss der Stahlkapillare zur Pumpe (Port 1) nach oben halten
- Alle Schrauben abwechselnd jeweils um eine halbe Drehung festdrehen, bis alle Schrauben festgedreht sind

Legende

- ① Beschriftung Port 1
- ② Anschluss der Kapillare zur Pumpe

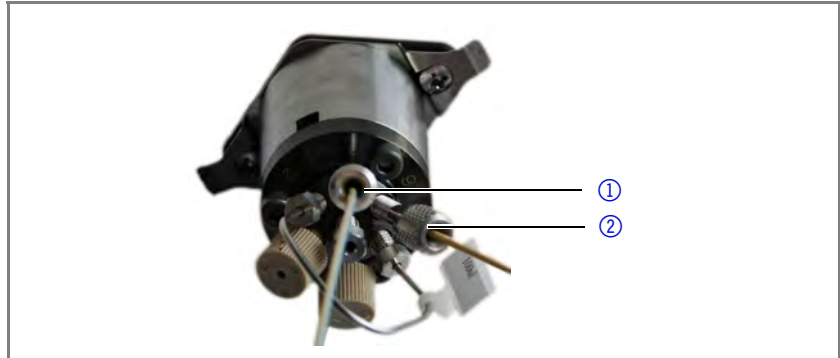


Abb. 60 Injektionsventil einbauen

- Vorgehensweise**
1. Rotordichtung einsetzen.
 2. Ventil-Statorblock auf den Ventil-Rotor setzen und mit einem Innensechskantschlüssel die Schrauben eindrehen.
 3. Injektionsventil einsetzen und mit einem Schraubendreher die Schraube auf beiden Seiten des Ventilgehäuses eindrehen.
 4. Kapillare wieder anschließen.

Systemspülung

- Vorgehensweise**
1. Autosampler an die Stromversorgung anschließen.
 2. Verbindung zum PC herstellen.
 3. *Autosampler 3950 Service Manager* starten.
 4. Menü *Alias* ⇒ *Direct Control* auswählen.
 5. Auf *Initialize* klicken um zu prüfen, ob sich das Ventil korrekt in der Position *Inject* befindet.
 6. Im Feld *Initial Wash* auf *Start* klicken, um eine Systemspülung durchzuführen.
 7. Im Feld *Initial wash* auf *Stop* klicken, um die Systemspülung zu beenden.

Probenschleife wechseln

Der Autosampler ist standardmäßig mit einer 100 µl Probenschleife ausgestattet.

- Bei der Montage einer Probenschleife mit anderem Injektionsvolumen auf die richtige Kombination von Spritze und Kapillaren achten und die Konfigurierung der Steuerungs-Software anpassen
- Probenschleife immer an Port 2 und 5 des Injektionsventils anschließen
- Maximales Injektionsvolumen nach folgenden Gleichungen berechnen:
 - Vollschleifen-Injektion:
Maximales Injektionsvolumen = Schleifenvolumen
 - Partielle Schleifen-Injektion:
Maximales Injektionsvolumen = 50 % Schleifenvolumen
 - *Mikroliter Pick-up* Injektion:
Maximales Injektionsvolumen = 50 % Schleifenvolumen - 1,5-faches Nadelvolumen

Probennadel wechseln

- Darauf achten, dass bei der Verwendung von Probenplatten mit 12 oder 48 Probenfläschchen die Einstellung der Nadelhöhe $> 2 \text{ mm}$ ist, um die Berührung des Probenfläschchen-Bodens durch die Nadel zu vermeiden
- Verschraubung nur handfest anziehen, um eine Blockierung der Kunststoff-Kapillare zu vermeiden

Legende

- ① Verschraubung
- ② Kunststoff-Kapillare
- ③ Überwurfmutter
- ④ Probennadel

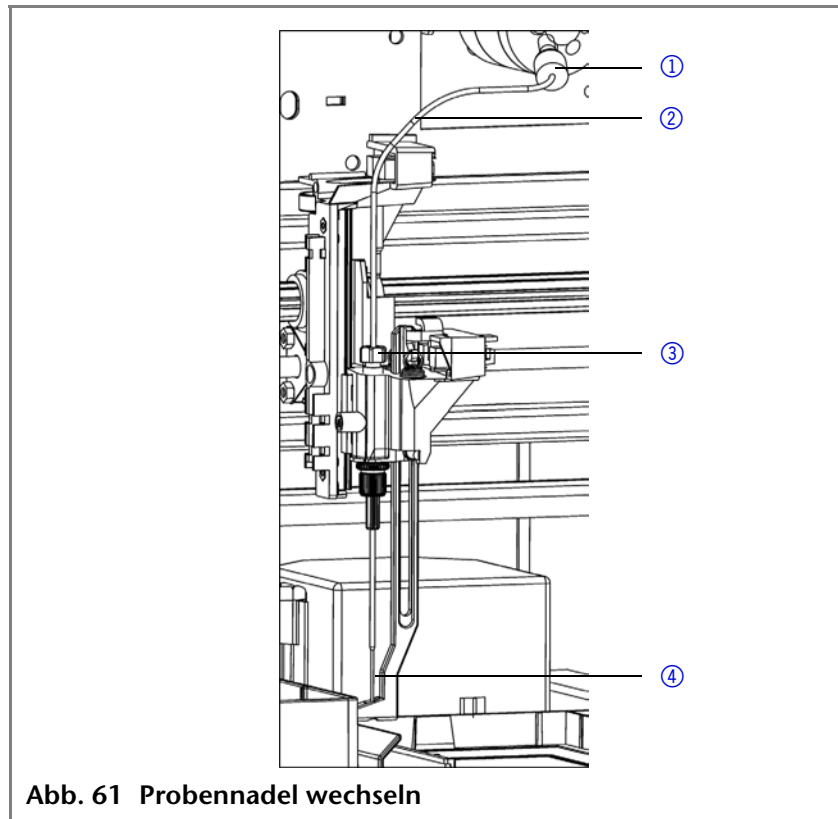


Abb. 61 Probennadel wechseln

Vorgehensweise

1. Autosampler 3950 Service Manager starten.
2. Menü Alias \Rightarrow Direct Control auswählen.
3. Im Feld Needle auf Exchange klicken. Die Nadel bewegt sich in die Austauschposition.
4. Überwurfmutter ③ lösen.
5. Verschraubung ① der Kunststoff-Kapillare ② am Injektionsventil lösen.
6. Probennadel ④ mit der Kunststoff-Kapillare entfernen.
7. Neue Probennadel-Einheit installieren. Darauf achten, dass der Luftverschluss die Probennadel ganz umgibt.
8. Probennadel mit der Überwurfmutter fixieren.
9. Kunststoff-Kapillare mit der Verschraubung am Injektionsventil befestigen.
10. Im Fenster Direct Control auf Initialize klicken. Die Nadel bewegt sich in die Ausgangsposition.
11. Im Feld Initial Wash auf Start klicken, um eine Systemspülung durchzuführen.

12. Im Feld *Initial Wash* auf *Stop* klicken, um die Systemspülung zu beenden.
13. Auf *Close* klicken, um das Fenster *Direct Control* zu verlassen.
14. Menü *Alias* ⇒ *Adjustments* wählen.
15. Im Reiter *Needle-Tray* die Einstellungen für die Probenplatten aktualisieren.

Luftnadel wechseln

- Darauf achten, dass beim Wechsel der Luftnadel das Gewinde der neuen Höhen-Einstellschraube mit der Unterkante der Sicherungsmutter bündig ist.
- Darauf achten, dass sich der Dichtungsring in der Sicherungsmutter befindet.

Legende

- ① Überwurfmutter
- ② Sicherungsmutter
- ③ Höhen-Einstellschraube
- ④ Luftnadel
- ⑤ Probennadel

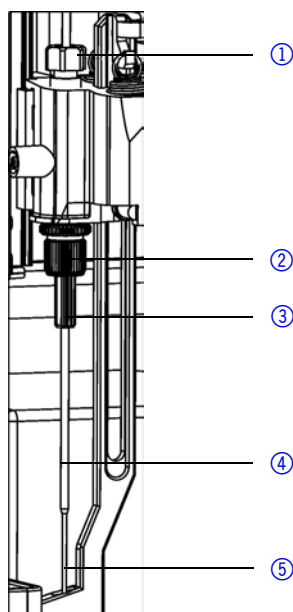


Abb. 62 Luftnadel wechseln

Vorgehensweise

1. *Autosampler 3950 Service Manager* starten.
2. Menü *Alias* ⇒ *Direct Control* wählen.
3. Im Feld *Needle* auf *Exchange* klicken. Die Nadel bewegt sich in die Austauschposition.
4. Überwurfmutter ① lösen.
5. Verschraubung der Kunststoff-Kapillare am Injektionsventil lösen.
6. Probennadel ⑤ mit der Kunststoff-Kapillare entfernen.
7. Sicherungsmutter ② lösen und zusammen mit der Luftnadel ④ nach unten abziehen.
8. Sicherungsmutter von der Höhen-Einstellschraube ③ abschrauben.

9. Neue Luftnadel mit neuer Höhen-Einstellschraube in die Sicherungsmutter schrauben.
10. Sicherungsmutter einschrauben.
11. Probennadel einsetzen und mit der Überwurfmutter fixieren.
12. Kunststoff-Kapillare mit der Verschraubung am Injektionsventil befestigen.
13. Im Fenster *Direct Control* auf *Initialize* klicken. Die Nadel bewegt sich in die Ausgangsposition.
14. Im Feld *Initial Wash* auf *Start* klicken, um eine System-spülung durchzuführen.
15. Im Feld *Initial Wash* auf *Stop* klicken, um die Systemspülung zu beenden.
16. Auf *Close* klicken, um das Fenster *Direct Control* zu verlassen.
17. Menü *Alias* ⇒ *Adjustments* auswählen.
18. Im Reiter *Needle-Tray* die Einstellungen für die Probenplatten aktualisieren.

Spritze wechseln

Der Autosampler ist standardmäßig mit einer 500 µl Spritze ausgestattet.

Isopropanol als Waschflüssigkeit verwenden, um Luftblasen aus der neuen Spritze zu entfernen.

Legende

- ① Spritzenventil
- ② Spritze
- ③ Spritzenantrieb
- ④ Spritzenkolben

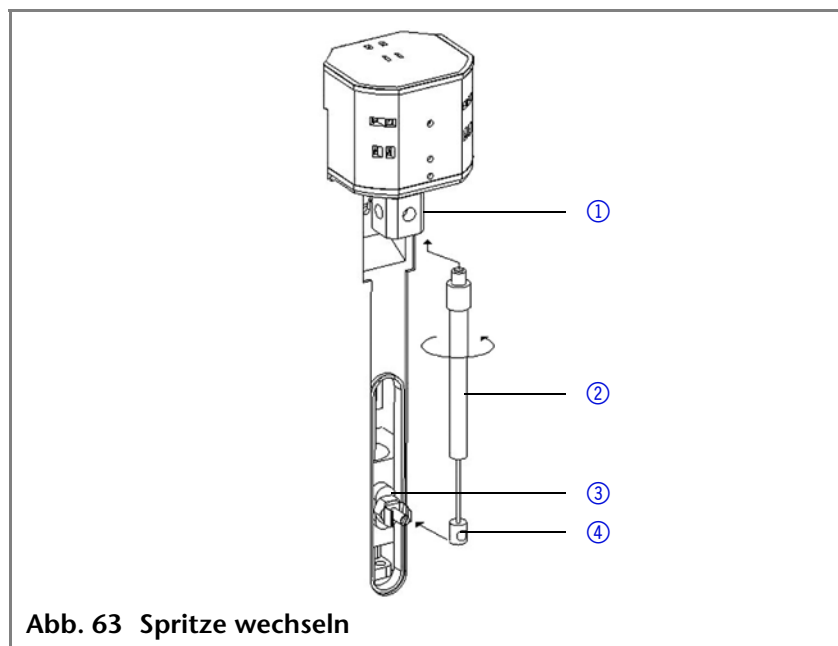


Abb. 63 Spritze wechseln

Spritze wechseln

1. *Autosampler 3950 Service Manager* starten.
2. Menü *Alias* ⇒ *Direct Control* wählen.
3. Im Feld *Syringe* auf *Exchange* klicken. Der Spritzenkolben wird abgesenkt.
4. Spritze ② durch Linksdrehung abschrauben; Verbindungsstück im Spritzenventil ① belassen.

5. Spritzenkolben ④ aus dem Spritzenantrieb ③ entfernen.
6. Neue Spritze mit Waschflüssigkeit füllen.
7. Spritzenkolben in den Spritzenantrieb setzen.
8. Spritze durch Rechtsdrehung im Spritzenventil festschrauben.
9. Im Feld *Syringe* auf *Home* klicken. Der Spritzeninhalt wird in den Abfallschlauch entleert.
10. Ist noch Luft in der Spritze, im Feld *Syringe* auf *End* klicken. Ein Spritzenvolumen wird durch den Waschflüssigkeits-Schlauch in die Spritze gesaugt.
11. Im Feld *Syringe* auf *Home* klicken. Der Spritzeninhalt wird in den Abfallschlauch entleert.
12. Leicht an den Spritzenkörper klopfen, wenn weiterhin Luft in der Spritze ist und gegebenenfalls 10. und 11. Schritt wiederholen.
13. Im Feld *Initial Wash* auf *Start* klicken, um eine Systemspülung durchzuführen.
14. Im Feld *Initial wash* auf *Stop* klicken, um die Systemspülung zu beenden.
15. Auf *Close* klicken, um das Fenster *Direct Control* zu verlassen.

Spritzenkolben oder Kolbenspitze wechseln

1. *Autosampler 3950 Service Manager* starten.
2. *Menü Alias* ⇒ *Direct Control* wählen.
3. Im Feld *Syringe* auf *Exchange* klicken. Der Spritzenkolben wird abgesenkt.
4. Spritze entfernen (siehe oben).
5. Spritzenkolben aus dem Glaszylinder der Spritze ziehen.
6. Kolbenspitze mit einer Pinzette entfernen.
7. Neue Kolbenspitze mit Isopropanol befeuchten.
8. Neue Kolbenspitze auf den Spritzenkolben montieren.
9. Spritzenkolben in den Glaszylinder der Spritze schieben.
10. Spritze einbauen (siehe oben).
11. Im Feld *Syringe* auf *Home* klicken. Der Spritzen-Inhalt wird in den Abfallschlauch entleert.

Spritzenventil wechseln

Das Spritzenventil hat vier Anschlüsse, davon bleibt ein Anschluss unbenutzt.

- Alle Verbindungen zum Spritzenventil mit handverschraubten Fittings herstellen.
- Ventil zum Auswechseln in die Waste-Position versetzen, da nur in dieser Position die Innensechskantschrauben zugänglich sind.

Legende

- ① Obere Innensechskantschraube
- ② Untere Innensechskantschraube
- ③ Anschluss Waschflüssigkeits-Schlauch (verdeckt)
- ④ Anschluss Pufferschlauch
- ⑤ Anschluss Spritze
- ⑥ Anschluss unbenutzt

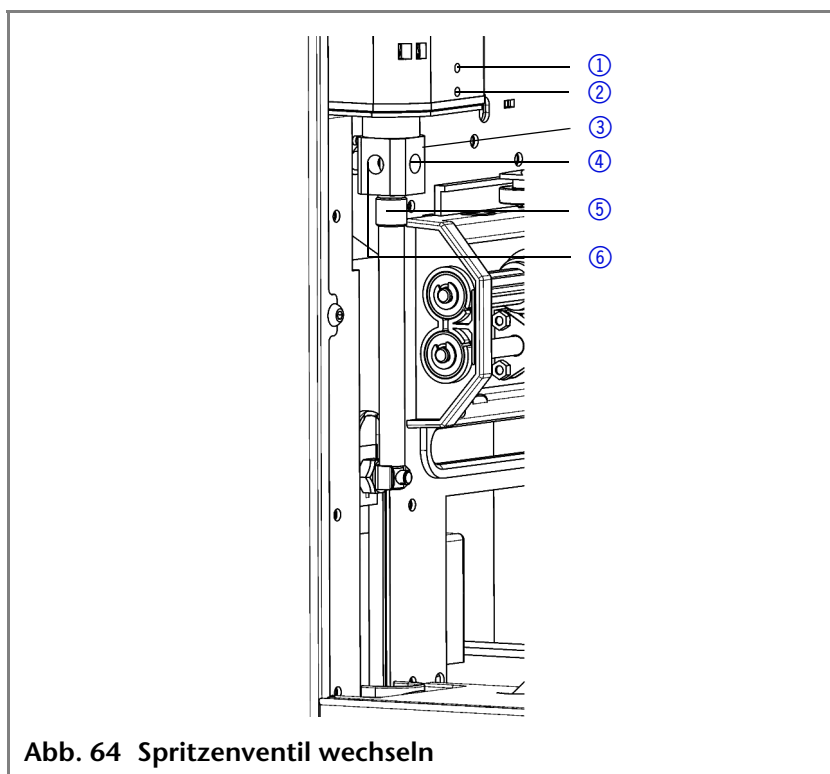


Abb. 64 Spritzenventil wechseln

Vorgehensweise

1. Autosampler 3950 Service Manager starten.
2. Menü Alias⇒Direct Control auswählen.
3. Im Feld Syringe auf Exchange klicken. Der Spritzenkolben wird abgesenkt.
4. Untere Innensechskantschraube um 2 Umdrehungen lösen.
5. Obere Innensechskantschraube um 2 Umdrehungen lösen.
6. Oberteil der Spritze herausziehen.
7. Spritze entfernen.
8. Spritzenventil wechseln.
9. Neue Spritze einsetzen.
10. Innensechskantschrauben festdrehen.

Gerät reinigen und pflegen

VORSICHT! Geräteschäden durch eintretende Flüssigkeiten möglich!
Lösungsmittelflaschen neben das Gerät oder in eine Flaschenwanne stellen.
Reinigungstücher nur anfeuchten.

Alle glatten Oberflächen des Geräts können mit einer milden handelsüblichen Reinigungslösung oder mit Isopropanol gereinigt werden.

- Auffangbehälter und Probenplatten mit einem weichen Tuch reinigen
- Abfallschlauch regelmäßig mit Lösungsmittel spülen, um Ablagerungen zu beseitigen

Entsorgung

AVV-Kennzeichnung in Deutschland

Altgeräte können bei einem zertifizierten Entsorgungsunternehmen zur fachgerechten Entsorgung abgegeben werden.

Die Altgeräte der Firma KNAUER haben nach der deutschen Abfallverzeichnisverordnung (Januar 2001) folgende Kennzeichnung für Elektro- und Elektronik-Altgeräte: 160214

WEEE- Registrierungsnummer

Die Firma KNAUER ist im Elektroaltgeräteregister (EAR) registriert unter der WEEE-Registrierungsnummer DE 34642789 in der Kategorie 8, die unter anderem Laborgeräte umfasst.

Allen Händlern und Importeuren von KNAUER-Geräten obliegt im Sinne der WEEE-Richtlinie die Entsorgungspflicht für Altgeräte. Endkunden können, wenn dies gewünscht wird, die Altgeräte der Firma KNAUER auf ihre Kosten (frei Haus) zum Händler, Importeur oder an die Firma KNAUER zurücksenden und gegen eine Gebühr entsorgen lassen.

Fehlerbehebung (*Troubleshooting*)

Gerätefehler

Gerätefehler treten unter anderem auf, wenn das Ventil nicht mehr funktioniert.

Ventil prüfen

Ventil ausbauen und alle Teile auf Verschleiß und Verunreinigung untersuchen. Nach der Problembeseitigung und dem Wiedereinbau des Ventils folgende Schritte ausführen:

- Vorgehensweise**
1. *Menü Alias* ⇒ *Direct Control* wählen.
 2. Im Fenster *Direct Control* auf *Initialize* klicken. Die Nadel bewegt sich in die Ausgangsposition.
 3. Im Feld *Initial Wash* auf *Start* klicken, um eine Systemspülung durchzuführen.
 4. Im Feld *Initial wash* auf *Stop* klicken, um die Systemspülung zu beenden.
 5. Auf *Close* klicken, um das *Direct Control* Fenster zu verlassen.

Software-Fehler

Softwarefehler können durch fehlerhafte Kommunikation zwischen den Geräten oder durch fehlerhafte Installation der Software entstehen.

- Vorgehensweise**
1. Kabelverbindungen prüfen.
 2. *Autosampler 3950 Service Manager* starten.
 3. *Menü Alias* ⇒ *Direct Control* wählen.
 4. Im Fenster *Direct Control* auf *Initialize* klicken.

Analytische Fehler

Mögliche Ursachen:

- Verschleiß durch Fehler in den Einstellungen für Injektion und Methode.
- Ungeeignete Kombination von Probenschleife, Pufferschlauch und Spritze.
- Externe Einflüsse wie Temperatur und Lichteinwirkung auf lichtempfindliche Proben.

Lösungswege:

- Prüfen ob die Applikation zuvor fehlerfrei gelaufen ist und keine Änderungen am Analysensystem vorgenommen wurden.
- Ermitteln ob der Fehler durch den Autosampler oder andere Geräte des Systems verursacht wird.

Wenn die Reproduzierbarkeit nicht die Anforderungen erfüllt, folgende Fehlerursachen prüfen und Schritte zur Beseitigung ausführen:

Fehlerursache	Beseitigung
Luft im Flüssigkeitweg	Initialisierung des Autosamplers 3950 durchführen.
Undichte Spritze	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Spritze auf richtige Montage prüfen, wenn sie oben undicht ist. ▪ Spritzenkolben wechseln, wenn die Spritze unten undicht ist.
Spritzenventil undicht	Ventil prüfen und gegebenenfalls wechseln.
Rotordichtung verschlissen	Rotordichtung wechseln und Ventil-Statorblock prüfen.
Totvolumen in den Kapillaranschlüssen	Kapillaranschlüsse mit neuen Fittings bestücken.

Wenn ein Leerprobenlauf einen zu großen Peak liefert, folgende Fehlerursachen prüfen und Schritte zur Beseitigung ausführen:

Fehlerursache	Beseitigung
Löslichkeitsprobleme	Entweder Probe modifizieren oder Verschleppung akzeptieren.
Wechselwirkungen zwischen der Leerprobe und der <i>Hardware</i>	<ul style="list-style-type: none"> ▪ <i>Hardware</i> prüfen: <ul style="list-style-type: none"> ▪ Nadel spülen (innen und außen) oder einen anderen Nadeltyp installieren (Stahl, PEEK oder mit Glasmantel). ▪ Injektionsventil: Rotordichtung wechseln (anderes Material). ▪ Kapillaren und Schläuche: Andere Verbindungen zwischen dem Autosampler und der Säule (Stahl, PEEK) oder andere Waschflüssigkeit verwenden.
Leerprobe verunreinigt	Neue Leerprobe verwenden.
Ursache unklar	Problem durch Variation der Lösungsmittel und Eluenten zu lösen versuchen.

Wenn keine Injektion ausgeführt wird:

Fehlerursache	Beseitigung
Flüssigkeitweg blockiert	<ol style="list-style-type: none"> 1. Kunststoff-Kapillare der Nadel vom Injektionsventil lösen. 2. Systemspülung starten. 3. Nadel prüfen wenn Lösungsmittel aus dem Injektionsventil-Anschluss zur Nadel austritt. 4. Wenn kein Lösungsmittel aus dem Injektionsventil-Anschluss zur Nadel austritt Pufferschlauch vom Injektionsventil lösen. 5. Systemspülung starten. 6. Wenn Lösungsmittel aus dem offenen Ende des Pufferschlauchs fließt, Rotordichtung prüfen. 7. Wenn kein Lösungsmittel aus dem offenen Ende des Pufferschlauchs fließt, Pufferschlauch vom Spritzenventil lösen. 8. Systemspülung starten. 9. Wenn Lösungsmittel aus dem Spritzenventil fließt, Pufferschlauch prüfen. 10. Wenn kein Lösungsmittel aus dem Spritzenventil fließt, prüfen ob Anschlüsse des Flüssigkeitswegs zu fest angezogenen sind.
Undichtes Injektionsventil	<ol style="list-style-type: none"> 1. Kunststoff-Kapillare zur Nadel vom Injektionsventil abschrauben. 2. Kunststoff-Kapillare zur Spritze vom Injektionsventil lösen. 3. HPLC-Pumpe ans Injektionsventil anschließen. 4. Anschluss zur Säule am Injektionsventil verschließen. 5. Pumpe mit geringer Flussrate starten. 6. Anschlüsse zur Spritze und zur Nadel am Injektionsventil auf Dichtheit prüfen. 7. Wenn dort Flüssigkeit auftritt, Rotordichtung prüfen. 8. Wenn dort keine Flüssigkeit auftritt, HPLC-System mit einem manuellen Ventil prüfen.

Systemmeldungen von ChromGate®

Es folgt eine Erläuterung der Lösungswege zu den Systemmeldungen der KNAUER Chromatografie-Software

ChromGate®. Die Systemmeldungen sind alphabetisch sortiert.

Systemmeldung	Erläuterung
<i>Autosampler is in run mode.</i>	<ul style="list-style-type: none"> Steuerungssoftware beenden und neustarten. Das Gerät aus- und einschalten.
<i>Autosampler is not responding. Please check communication settings and ensure the device is online.</i>	Das Gerät aus- und einschalten. Netzwerkeinstellungen prüfen. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
<i>Cannot run autosampler.</i>	Das Gerät aus- und einschalten. Netzwerkeinstellungen prüfen. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
<i>Cannot set destination vial to %d.</i>	Parameter in der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.
<i>Cannot set first transport vial to %d.</i>	Parameter in der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.
<i>Cannot set last transport vial to %d.</i>	Parameter in der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.
<i>Cannot stop autosampler.</i>	Netzwerkeinstellungen prüfen. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
<i>Communication port for autosampler was not initialized. Please check the configuration settings.</i>	Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
<i>Configuration settings do not match with the device. Run cannot start.</i>	Konfiguration und Einstellungen prüfen.
<i>Destination position not reached.</i>	Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.

Systemmeldung	Erläuterung
<i>Deviation of more than +/- 2 mm towards home.</i>	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Nach sichtbaren Hindernissen im Bereich der Probenplatte suchen. ▪ Riemenspannung des Proben-tabletts prüfen.
<i>Dispenser error.</i>	Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
<i>Electronics error.</i>	Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
<i>EEPROM error in adjustments.</i>	Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
<i>EEPROM error in log counter.</i>	Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
<i>EEPROM error in settings.</i>	Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
<i>EEPROM write error.</i>	Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
Error 369	Nicht genügend Transportflüssigkeit vorhanden. Transportflüssigkeit auffüllen.
Error 370	Nicht genügend Reagenzflüssigkeit vorhanden. Reagenzflüssigkeit auffüllen.
<i>Error by setting Mix&Dilute vials.</i>	Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
<i>Error occurred during initialization, the Autosampler AS-1 cannot start.</i>	Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.

Systemmeldung	Erläuterung
<i>Error resetting output.</i>	Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
<i>Error running user defines program.</i>	Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
<i>Error setting injection mode.</i>	Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
<i>Error setting needle height.</i>	Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
<i>Error setting injection mode.</i>	Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
<i>Error setting syringe speed.</i>	Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
<i>Error setting the analysis time.</i>	Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
<i>Error setting the auxiliaries.</i>	Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
<i>Error setting the flush time.</i>	Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
<i>Error setting the flush volume.</i>	Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
<i>Error setting the injection volume.</i>	Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.

Systemmeldung	Erläuterung
<i>Error setting the loop volume.</i>	Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
<i>Error setting the prep. mode.</i>	Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
<i>Error setting the syringe volume.</i>	Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
<i>Error setting timed events.</i>	Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
<i>Error setting the tray configuration.</i>	Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
<i>Error setting the tray temperature.</i>	Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
<i>Error setting the vial number.</i>	Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
<i>Error setting tubing volume.</i>	Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
<i>Error setting wash volume.</i>	Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
<i>Flush volume error.</i>	Parameter in der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.

Systemmeldung	Erläuterung
<i>Home sensor activated when not expected.</i>	<ul style="list-style-type: none"> Parameter in der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren. Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
<i>Home sensor not de-activated.</i>	<ul style="list-style-type: none"> Nach sichtbaren Behinderungen des Probenbrettchens der Probenplatte suchen. Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
<i>Home sensor not reached.</i>	<ul style="list-style-type: none"> Nach sichtbaren Behinderungen des Probenbrettchens der Probenplatte suchen. Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
<i>Horizontal: home sensor activated when not expected.</i>	<ul style="list-style-type: none"> Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
<i>Horizontal: home sensor not de-activated.</i>	<ul style="list-style-type: none"> Nach sichtbaren Behinderungen der Nadeleinheit suchen. Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
<i>Horizontal: home sensor not reached.</i>	<ul style="list-style-type: none"> Nach sichtbaren Behinderungen der Nadeleinheit suchen Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
<i>Horizontal: needle position is unknown.</i>	Nadeleinheit mit der Steuerungssoftware initialisieren.

Systemmeldung	Erläuterung
<i>Illegal sensor readout.</i>	Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
<i>Incorrect first destination vial.</i>	Parameter in der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.
<i>Injection needle unit error.</i>	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Nach sichtbaren Behinderungen der Nadeleinheit suchen ▪ Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
<i>Injection valve or ISS unit error.</i>	Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
<i>Injection volume %.2f is invalid. For specified injection method, volume should be within the range %.2f µl-%.2f µl, with %.2f. µl increments.</i>	Parameter in der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.
<i>Injection volume error.</i>	Parameter in der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.
<i>Invalid %s vial position %02d. The vial position must be between 01 and %02d.\n.</i>	Parameter in der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.
<i>Invalid combination of the trays. The combination of different trays for the Mix&Dilute mode is not allowed.</i>	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Passende Probenplatten einlegen. ▪ Parameter in der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.
<i>Invalid combination of the trays. The combination of plates 384 low and 96 high is not allowed.</i>	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Passende Probenplatten einlegen. ▪ Parameter in der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.

Systemmeldung	Erläuterung
<i>Invalid configuration. The autosampler has no ISS option installed. Please switch off this option in the configuration dialog.</i>	Parameter in der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.
<i>Invalid configuration. The autosampler has no SSV option installed. Please switch off this option in the configuration dialog.</i>	Parameter in der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.
<i>Invalid flush volume %d µl. The flush volume should be between 0 and %d µl.</i>	Parameter in der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.
<i>Invalid flush volume %2f µl. The flush volume should be between 0 and %2f µl.</i>	Parameter in der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.
<i>Invalid input. Only values with increments of %.2f allowed.</i>	Parameter in der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.
<i>Invalid integer number.</i>	Parameter in der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.
<i>Invalid instrument is detected.</i>	Parameter in der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.
<i>Invalid loop volume %d µl. The loop volume should be between 0 and %d µl.</i>	Parameter in der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.
<i>Invalid loop volume %2f µl. The loop volume should be between 0 and %2f µl.</i>	Parameter in der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.
<i>Invalid mix program: no Destination vial is specified in the configuration dialog.</i>	Parameter in der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.
<i>Invalid mix program: no Reagent A vial is specified in the configuration dialog.</i>	Parameter in der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.

Systemmeldung	Erläuterung
<i>Invalid mix program: no Reagent B vial is specified in the configuration dialog.</i>	Parameter in der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.
<i>Invalid mix times. The time should be between 1 and 9.</i>	Parameter in der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.
<i>Invalid needle height %d mm. The needle height should be between %d and %d mm.</i>	Parameter in der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.
<i>Invalid time based method. Several AUX events have the same time.</i>	Parameter in der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.
<i>Invalid time based method. Several SSV events have the same time.</i>	Parameter in der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.
<i>Invalid tray temperature %d °C. The temperature should be between 4 and 22 °C.</i>	Parameter in der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.
<i>Invalid tray configuration: two or more vial positions are the same.</i>	Parameter in der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.
<i>Invalid tubing volume %d µl. The tubing volume should be between 0 and %d µl.</i>	Parameter in der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.
<i>Invalid tubing volume %2f µl. The tubing volume should be between %2f and %2f µl.</i>	Parameter in der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.
<i>Invalid wait time. The time should be between 0 and 9 h 50 min 59 sec. Invalid wash volume %d µl. The wash volume should be between %d and %d µl</i>	Parameter in der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.
<i>Invalid volume %d µl. The volume should be between the 0 and the syringe volume (%d µl).</i>	Parameter in der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.

Systemmeldung	Erläuterung
<i>ISS valve error.</i>	Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
<i>Missing destination vial.</i>	<ul style="list-style-type: none"> Position der Probenfläschchen prüfen. Parameter in der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.
<i>Missing reagent vial.</i>	<ul style="list-style-type: none"> Position der Probenfläschchen prüfen. Parameter in der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.
<i>Missing transport vial.</i>	<ul style="list-style-type: none"> Position der Probenfläschchen prüfen Parameter in der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.
<i>Needle movement error.</i>	<ul style="list-style-type: none"> Position der Nadeleinheit prüfen. Das Gerät aus- und einschalten.
<i>Missing vial.</i>	<ul style="list-style-type: none"> Position der Nadeleinheit prüfen. Das Gerät aus- und einschalten.
<i>Missing wash vial error.</i>	<ul style="list-style-type: none"> Position der Nadeleinheit prüfen. Das Gerät aus- und einschalten.
<i>No destination vial is specified in the configuration.</i>	Parameter in der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.
<i>No Reagent A vial is specified in the configuration.</i>	Parameter in der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.
<i>No Reagent B vial is specified in the configuration.</i>	Parameter in der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.

Systemmeldung	Erläuterung
<i>No transport vials are defined in the tray configuration. It is not possible to use the μl pick-up injection mode.</i>	Parameter in der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.
<i>No user defined or mix program is running.</i>	Parameter in der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.
<i>Not enough reagent liquid.</i>	Flüssigkeitsmenge prüfen und anpassen.
<i>Not enough transport liquid available due to missing transport vials.</i>	Flüssigkeitsmenge prüfen und anpassen.
<i>Please specify inject marker or AUX event to be able to trigger the run.</i>	Parameter in der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.
<i>Selecting transport position failed.</i>	Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
<i>Serial number is not valid. Please check the configuration.</i>	Parameter in der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.
<i>Setting mix program error.</i>	Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
<i>Setting service mode failed.</i>	Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
<i>Syringe dispenser unit error.</i>	Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
<i>Syringe home sensor not de-activated.</i>	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Nadelspülung mit Steuerungssoftware. ▪ Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.

Systemmeldung	Erläuterung
<i>Syringe home sensor not reached.</i>	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Nadelspülung mit Steuerungssoftware. ▪ Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
<i>Syringe position is unknown.</i>	Spritzeneinheit mit der Steuerungssoftware initialisieren
<i>Syringe rotation error.</i>	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Nadelspülung mit Steuerungssoftware. ▪ Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
<i>Syringe valve did not find destination position.</i>	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Nadelspülung mit Steuerungssoftware. ▪ Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
<i>Temperature above 48 °C at cooling ON.</i>	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Kühlung abschalten und prüfen, ob Temperatursensor Umgebungstemperatur korrekt anzeigt. ▪ Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
<i>The 10 ml syringe cannot be used for standard injections.</i>	Spritze wechseln.
<i>The autosampler has detected another tray than that which is currently configured. Please select the correct tray in the configuration dialog.</i>	Konfiguration der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.
<i>The autosampler has no ISS-A option installed. Please switch off ISS-A option in the configuration dialog.</i>	Konfiguration der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.

Systemmeldung	Erläuterung
<i>The autosampler has no ISS-B option installed. Please switch off ISS-B option in the configuration dialog.</i>	Konfiguration der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.
<i>The autosampler has no oven option installed. Please switch off Oven option in the configuration dialog.</i>	Konfiguration der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.
<i>The autosampler is not ready. Please try later.</i>	Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
<i>The injection volume of %2f µl is invalid. For the specified injection method, volume should equal %2f µl.</i>	Parameter in der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.
<i>The sample needle is not in the home position while the tray is rotating.</i>	Parameter in der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.
<i>Trace from tray cooling cannot be acquired. Tray cooling is off.</i>	Parameter in der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.
<i>Tray advance is not available at this time.</i>	Parameter in der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.
<i>Tray error.</i>	Parameter in der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.
<i>Valve error.</i>	Parameter in der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.
<i>Vertical: home sensor not de-activated.</i>	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Nach sichtbaren Behinderungen der Nadeleinheit suchen. ▪ Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.

Systemmeldung	Erläuterung
<i>Vertical: home sensor not reached.</i>	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Nach sichtbaren Behinderungen der Nadeleinheit suchen ▪ Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
<i>Vertical: needle position is unknown.</i>	Instrument in der Steuerungssoftware initialisieren
<i>Vertical: stripper did not detect plate (or wash/waste). Missing vial.</i>	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Probenfläschchen und -platte prüfen. ▪ Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
<i>Vertical: stripper stuck.</i>	Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
<i>Vertical: The sample needle arm is at an invalid position.</i>	Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren.
<i>Vial number error.</i>	Parameter in der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.
<i>Wear-out limit reached.</i>	Das Gerät aus- und einschalten. Bei Wiederholung der Systemmeldung die technische Kundenbetreuung bei KNAUER informieren, Injektionsventil muss gewechselt werden.
<i>Wrong loop volume. The largest loop volume for standard injections is 1000 µl.</i>	Parameter in der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.
<i>Wrong tubing volume. The largest tubing volume for standard injections is 200 µl.</i>	Parameter in der Steuerungssoftware prüfen und Eingabe korrigieren.

Technische Daten

Umgebungsbedingungen

Temperaturbereich	4-40 °C; 39-104 °F
Luftfeuchtigkeit	unter 90 % Luftfeuchtigkeit (nicht kondensierend)

Standardversion

Autosampler 3950



Injektionsdruck	bis 700 bar
Probenkapazität	Mikrotiterplatten für max. 768 Wells oder Probenplatten für max. 96 Vials
Injektionsvolumen	1 – 5000 µl
Probenschleife	100 µl
Spritze	500 µl
Injektionszeit	< 60 s inkl. Reinigung
Injektionsmodi	PASA™ Schleifen-Injektionsprinzip: <ul style="list-style-type: none"> ▪ Vollschleifeninjektion ▪ partielle Schleifeninjektion ▪ Mikroliter Pickup-Injektion
Reproduzierbarkeit	RSD (Relative Standardabweichung): <ul style="list-style-type: none"> ▪ Vollschleifeninjektion < 0.3 % ▪ partielle Schleifeninjektion bei Injektionsvolumen > 10 µl: < 0.5 % ▪ Mikroliter Pickup-Injektion bei Injektionsvolumen > 10 µl: < 1.0 %
Verschleppung	< 0.05 % mit Nadelreinigung
Probentemperierung	4 – 40 °C ¹
Gewicht	<ul style="list-style-type: none"> ▪ 19 kg ▪ Mit Probentemperierung: 21 kg
Abmessungen (Länge x Breite x Höhe)	<ul style="list-style-type: none"> ▪ 510 x 300 x 360 mm ▪ Mit Kühlung: 575 x 300 x 360 mm
Netzspannungsbereich	100 – 240 V
Netzfrequenzbereich	50 – 60 Hz

1) Gültig für den Autosampler 3950 mit Probentemperierung

Lieferprogramm

Gerät und Zubehör

Bezeichnung	Bestellnummer
Autosampler 3950, LAN, Standard	A50060
Autosampler 3950, LAN, cool/heat	A500601
Benutzerhandbuch	V1511

Nachbestellungen

Bezeichnung	Bestellnummer
Autosampler Zubehörkit mit Flaschen, Kappen, Septa, Öffnungs- und Schließzangen	A0664
Vial Plates für 48 1,5 ml Vials 2 Stück	A50050
Mikrotiterplatte 96 Well, U keimreduziert, 0,35 ml	A1823
Mikrotiterplatte 96 Well, U keimreduziert, 1,2 ml	A1823V1
PTFE-Schlauch, 3,2 mm (1/8") AD, 1,5 mm ID, 300 cm	A0732
Waschflasche 250 ml	M2054
Spritze 500 µl	M2070
Luftnadel weiss, 62 mm	A50058
Set Luftnadeln	A50059
Luftnadel gelb, 50 mm	M20401
Luftnadel rot, 56 mm	M20402
Luftnadel blau, 68 mm	M20403
Luftnadel grün, 74 mm	M20404
Luftnadel schwarz, 80 mm	M20405
2 x 2,5 A Sicherung	M2067
Netzwerkkabel	A5255
RS-232-Kabel	A0895
Handbuch, deutsch	V1511
Handbuch, englisch	V1511A

Zubehör 84+3

Bezeichnung	Bestellnummer
Vial-Platte für 84x1.5ml und 3x10ml Fläschchen	A500501
125 Fläschchen 10 ml, 500 Bördelkappen und 500 Septen, ø 22 mm	A1662

Rechtliche Hinweise

Gewährleistungsbedingungen

Die werkseitige Gewährleistung für das Gerät beträgt 12 Monate ab dem Auslieferungstermin. Die Gewährleistungsansprüche erlöschen bei unbefugtem Eingriff in das Gerät.

Während der Gewährleistungszeit ersetzt oder repariert der Hersteller kostenlos jegliche material- oder konstruktionsbedingten Mängel.

Von der Gewährleistung ausgenommen sind:

- Unbeabsichtigte oder vorsätzliche Beschädigungen
- Schäden oder Fehler, verursacht durch zum Schadenszeitpunkt nicht an den Hersteller vertraglich gebundene Dritte
- Verschleißteile, Sicherungen, Glasteile, Säulen, Leuchtquellen, Küvetten und andere optische Komponenten
- Schäden durch Nachlässigkeit oder unsachgemäße Bedienung des Geräts und Schäden durch verstopfte Kapillaren
- Verpackungs- und Versandschäden

Wenden Sie sich bei Fehlfunktionen Ihres Geräts direkt an den Hersteller:

Wissenschaftliche Gerätebau
Dr. Ing. Herbert KNAUER GmbH
Hegauer Weg 38
14163 Berlin, Germany
Phone: +49 30 809727-0
Telefax: +49 30 8015010
E-Mail: info@knauer.net
Internet: www.knauer.net

Transportschäden

Die Verpackung unserer Geräte stellt einen bestmöglichen Schutz vor Transportschäden sicher. Die Verpackung auf Transportschäden prüfen. Im Fall einer Beschädigung die technische Kundenbetreuung des Herstellers innerhalb von drei Werktagen kontaktieren und den Spediteur informieren.

Konformitätserklärung

Herstellernamen und -adresse Wissenschaftliche Gerätebau
Dr. Ing. Herbert KNAUER GmbH
Hegauer Weg 38
14163 Berlin, Germany

Autosampler 3950 Bestellnummern: A5005V2; A50051V2; A50052V2; A50053V2;
A50054V2

Das Gerät entspricht den folgenden Anforderungen und Produktspezifikationen:

- RICHTLINIE 2006/42/EG DES EUROPÄISCHEN PARLAMENTS UND DES RATES vom 17. Mai 2006 über Maschinen und zur Änderung der Richtlinie 95/16/EG (Neufassung)
- DIN EN 60799 (1999) Elektrisches Installationsmaterial Geräteanschlussleitungen und Weiterverbindungs-Geräteanschlussleitungen
- DIN EN 61010-1 (2011) Sicherheitsbestimmungen für elektrische Mess-, Steuer-, Regel- und Laborgeräte
 - Niederspannungsrichtlinie (2006/95/EG)
- DIN EN 61000-3-2 (2006 + A1:2009 + A2:2009) Elektromagnetische Verträglichkeit (EMV) Teil 3-2
 - EMV-Norm (2004/108/EG)
- DIN EN 61326-1 (2006) Elektrische Mess-, Steuer-, Regel- und Laborgeräte - EMV-Anforderungen
 - DIN EN 61326-1 Berichtigung 2 (2011)
- Richtlinien zum umweltgerechten Umgang mit Elektro- und Elektronikgeräten
 - RoHS-Richtlinien 2002/95/EG (2003) und 2011/65/EU (2012) über die Beschränkung der Verwendung bestimmter gefährlicher Stoffe in Elektro- und Elektronikgeräten
 - WEEE-Richtlinie 2002/96/EG (2003) und 2012/19/EU über Elektro- und Elektronik-Altgeräte

Das Gerät wurde in einer typischen Konfiguration geprüft.

Berlin, 03.06.2013



Dr. Alexander Bünz (Managing Director)

Das Konformitätszeichen ist auf der Rückwand des Gerätes angebracht.



Abkürzungen und Fachbegriffe

Hier finden Sie Erläuterungen zu den in diesem Handbuch verwendeten Abkürzungen und Fachbegriffen.

Fachbegriff	Erläuterungen
GLP	Qualitätssicherungssystem im Labor nach guter Laborpraxis (Good Laboratory Practice).
HPLC	Hochdruck-Flüssigkeitschromatografie, High Pressure Liquid Chromatography.
HPG	Hochdruck-Gradient (High Pressure Gradient, HPG). Betriebsart eines UHPLC- oder HPLC-Systems. Das Lösungsmittel wird auf der Hochdruckseite der Pumpe gemischt.
IP-Adresse	Eindeutige Adresse eines Senders oder Empfängers in lokalen Netzwerken oder im Internet (Internet Protocol).
Lösungsmittel	Die mobile Phase, der Eluent, das Fließmittel in der Flüssigchromatografie.
LPG	Niederdruck-Gradient (Low Pressure Gradient, LPG). Betriebsart eines UHPLC- oder HPLC-Systems. Das Lösungsmittel wird auf der Niederdruckseite der Pumpe gemischt.
Remote	Die Chromatografie-Software übernimmt komplett die Steuerung des Geräts.
UHPLC	Flüssigkeitschromatografie im Ultrahochdruck- oder Ultrahochleistungsbereich.
Vials	Fläschchen in Probenplatten für Autosampler; Sample Vial = Probenfläschchen; Destination Vial = Zielfläschchen
Wells	Vertiefung für Mikrotiterplatten, die im Autosampler zum Einsatz kommen

Abbildungsverzeichnis

Abb. 1:	Autosampler 3950, optional mit Proben temperierung und Kühlungsbox	7
Abb. 2:	Geräte-Vorderseite	16
Abb. 3:	Tür in den Innenraum schieben	17
Abb. 4:	Frontverkleidung entfernen	17
Abb. 5:	Kühlabdeckung entfernen	17
Abb. 6:	Geräte-Vorderseite mit Probenraum	18
Abb. 7:	Geräte-Rückseite	18
Abb. 8:	Kabelplan LAN	20
Abb. 9:	PASA™ Schleifen-Injektionsprinzip	23
Abb. 10:	Vollschleifen-Injektion: Ausgangssituation	24
Abb. 11:	Vollschleifen-Injektion: Die Nadel und die Probenleitungen werden gespült	25
Abb. 12:	Vollschleifen-Injektion: Injektionsventil schaltet in die Position <i>LOAD</i>	25
Abb. 13:	Vollschleifen-Injektion: Die Probenschleife wird vollständig befüllt	26
Abb. 14:	Vollschleifen-Injektion: Injektionsventil schaltet in die Position <i>INJECT</i>	26
Abb. 15:	Luftsegment bei Vollschleifen-Injektion	27
Abb. 16:	Luftsegment bei partieller Schleifenfüllung	27
Abb. 17:	Schema für Ausgangsposition zur partiellen Schleifenfüllung	28
Abb. 18:	Partielle Schleifenfüllung: Ventilposition 'Injizieren'	28
Abb. 19:	Partielle Schleifenfüllung: Probe ansaugen	29
Abb. 20:	Partielle Schleifenfüllung: Ventilposition 'Laden'	29
Abb. 21:	Partielle Schleifenfüllung: Injizieren auf die Säule	29
Abb. 22:	Partielle Schleifenfüllung: Spüllösung ansaugen	30
Abb. 23:	Partielle Schleifenfüllung: Ausspülen von Probe und Fließmittel	30
Abb. 24:	Mikroliter Pick-up Injektion: Ausgangssituation	31
Abb. 25:	Mikroliter Pick-up Injektion: Probenleitung wird mit Transportflüssigkeit gefüllt	31
Abb. 26:	Mikroliter Pick-up: Probenmaterial wird angesaugt	32
Abb. 27:	Mikroliter Pick-up: Das Injektionsvolumen wird angesaugt	32
Abb. 28:	Mikroliter Pick-up: Die Probe wird in die Probenschleife transportiert	33
Abb. 29:	Mikroliter Pick-up: Die Probe wird zur Säule transportiert	33
Abb. 30:	Mikroliter Pick-up Injektion mit Luftsegment (A), ohne Luftsegment (B)	34
Abb. 31:	Mikroliter Pick-up 84+3: Ausgangssituation	34
Abb. 32:	Mikroliter Pick-up 84+3: Probenleitung wird mit Transportflüssigkeit befüllt	34
Abb. 33:	Mikroliter Pick-up 84+3: Injektionsventil schaltet in die Position <i>LOAD</i>	35

Abb. 34:	Mikroliter Pick-up 84+3: Die Probe wird in die Probenschleife transportiert	35
Abb. 35:	Mikroliter Pick-up 84+3: Injektionsventil schaltet in die Position <i>INJECT</i>	35
Abb. 36:	Mikroliter Pick-up Injektion 84+3 mit Luftsegment (A), ohne Luftsegment (B)	36
Abb. 37:	Höhe des 84+3-Probentablets	37
Abb. 38:	Länge der Nadel und Füllstand der Flüssigkeit	37
Abb. 39:	Ablaufreihenfolge	38
Abb. 40:	Reagenz/Transport Position auf dem 84+3-Probentablett	39
Abb. 41:	Standard Lufternadel mit 10 und 2 ml Probenfläschchen	40
Abb. 42:	Standard Lufternadel mit Greiner Bio-One® Mikrotiterplatten	40
Abb. 43:	Geeignete Lufternadel berechnen	41
Abb. 44:	Ausgewählte Lufternadeln mit Probenfläschchen	42
Abb. 45:	Ausgewählte Lufternadeln mit Greiner Bio-One® Mikrotiterplatten	42
Abb. 46:	Probenpositionen in Spalten	45
Abb. 47:	Probenpositionen in Reihen	46
Abb. 48:	Reagenz/Transport Positionen auf dem 84+3-Probentablett	47
Abb. 49:	Anschluss-Schema für Kapillaren und Schläuche	48
Abb. 50:	Anschlüsse des Injektionsventils	48
Abb. 51:	Anschlüsse der Spritze	49
Abb. 52:	Schlauchführung für Spüllösungsmittel-Schlauch	49
Abb. 53:	Ableitungsschläuche anschließen	50
Abb. 54:	Konfiguration des Autosamplers mit ClarityChrom®	51
Abb. 55:	Systemspülung mit der Service Manager Software	53
Abb. 56:	Operation Qualification Report	63
Abb. 57:	Injektionsventil ausbauen	66
Abb. 58:	Rotordichtung entfernen	66
Abb. 59:	Rotor und Rotordichtung	66
Abb. 60:	Injektionsventil einbauen	67
Abb. 61:	Probennadel wechseln	69
Abb. 62:	Lufternadel wechseln	70
Abb. 63:	Spritze wechseln	71
Abb. 64:	Spritzenventil wechseln	73

Stichwortverzeichnis

A

Abkürzungen 96
Additiv 9
Anschluss
 Ableitungsschläuche 50
 I/O-Anschluss 53
 Kontaktschlussausgang 54
 TTL-Eingänge 53
 Injektionsventil 48
 LAN 51
 Spritze 49
Anschluss an Computer 19
Anwendersicherheit 10
Aufstellen 14
Aufstellort, siehe Einsatzort 14
Auspacken 14, 15
Ausschalten 11
Autoinjektionssystem 16
Autokonfiguration 19
AVV-Kennzeichnung 74

B

Beipack 13
Bestimmungsgemäße Verwendung 7

C

CE-Kennzeichnung 12
CE-Zeichen,
 siehe Konformitätserklärung 95

D

Dekontamination 10

E

Einsatzbereich 7
Einsatzort 14
Eluent 9
 Entflammbarkeit 10
 Selbstentzündungstemperatur 11
 Toxizität 11
Eluenten 9
Ersatzteile 13
Explosionsschutz 11

F

Fachbegriffe 96
Fehlerbehebung 75

Fehlersuche

 Analytische Fehler 75
 Software-Fehler 75
 Systemmeldungen ChromGate® 78
Fehlerursachen 75
Flaschenwanne 11
Frontverkleidung entfernen 17

G

Gebotszeichen 12
Gerät
 öffnen 11
Geräte-Rückseite 18
Gerätetest 55
 Archivierung 60
 Linearität 58
 Mischtest 59
 Operation qualification mit ChromGate® 62
 Probenverschleppung 57
 Reproduzierbarkeit 56
 Testintervall 55
Geräteübersicht 7
Geräte-Vorderseite 16, 18
Gewährleistung 94

H

Handhabung 43
 Probenfläschchen 43

I

Inbetriebnahme 16
Injektions-Methoden 23
Injektionsprinzip 23
Injektionsventil anschließen 48
Installation 13

K

Kapillaranschlüsse 48
Kapillare 11
Kennzeichen und Symbole 12
Konformitätserklärung 95
Konformitätszeichen 12
Kühlabdeckung entfernen 17
Kühlungsbox 7

L

Laborbetrieb 7

LAN 19

Aufbau 20

Eigenschaften 19

Fehlerbehebung 21

Port 21

Router 20

Lecks 10

Leistungsübersicht 8

Lieferprogramm 92

Lokales Netzwerk 19

Lösungsmittel 9

Spüllösungsmittel 9

Luftnadel 24, 40

Berechnungsbeispiel 43

geeignete Luftnadel auswählen 41

Luftnadeltypen 42

Standard Luftnadel 40

Luftsegment

Vollschleifen-Injektion 26

M

Methoden der Injektion 23

Mikroliter Pick-up Injektion 24, 31

Mischen und Verdünnen 44

Hinzufügen (Add) 44

Mischen (Mix) 45

Probenpositionen 45

Modifier 9

N

Nadelspülung 26

O

Öffnen des Geräts 11

P

Partielle Schleifen- Injektion 23

Partielle Schleifenfüllung 27

PASA™ Schleifen-Injektionsprinzip

Mikroliter Pick-up Injektion 31

partielle Schleifen-Injektion 28

PC-Anschluss 19

PEEK 50

Personenschäden

Definition 11

Pflege 64, 74

Platzbedarf des Geräts 14

Probenfläschchen 43

Probennadel 24

Probenraum 18

Probentemperierung 7

R

Rechtliche Hinweise 94

Reinigung 74

S

Sachschäden

Definition 11

Salze 9

Schlauchanschlüsse 48

Schläuche 11

Schleifenfüllung

partielle 27

Schleifen-Injektionsprinzip 23

Sicherheit 10

Software 51

Autosampler 3950 Service Manager 52

ClarityChrom® 51

Stromversorgung 11

Netzkabel 11

Steckdosenleiste 11

Symbole und Kennzeichen 12

Systemspülung

Autosampler 3950 Service Manager 52

T

Technische Daten 91

Technische Kundenbetreuung 14, 64

Transport 14

Transportschäden 14, 94

Transportschutz 15

Troubleshooting 75

Tür öffnen 17

U

Umweltschutz 74

VVerbindung des Autosamplers mit anderen
Geräten 51

Verpackung 14

Verwendung

bestimmungsgemäß 7

Vollschleifen-Injektion 23, 24

Luftsegment 26

W

Warnzeichen 12

Wartung 64

Injektionsventil u. Rotordichtung wechseln 65

Luftnadel wechseln 70

Probennadel wechseln 69

Probenschleife wechseln 68

Sicherungen wechseln 65

Spritze wechseln 71

Spritzenkolben oder Kolbenspitze wechseln 72

Spritzenventil wechseln 73

Wartungsvertrag 64

Z

Zubehör 13

© Wissenschaftliche Gerätebau
Dr. Ing. Herbert Knauer GmbH
Alle Rechte vorbehalten.
Technische Änderungen vorbehalten.
Originalausgabe des
Benutzerhandbuchs, Version 1.0
Datum der letzten Aktualisierung des
Benutzerhandbuchs: 03.06.2013
Gedruckt in Deutschland auf umwelt-
freundlichem Papier aus nachhaltiger
Forstwirtschaft

® ChromGate ist ein eingetragenes
Warenzeichen der
Wissenschaftliche Gerätebau
Dr. Ing. Herbert Knauer GmbH

► Aktuelle Handbücher im Internet
www.knauer.net/downloads

HPLC · SMB · Osmometry

www.knauer.net

Wissenschaftliche Gerätebau
Dr. Ing. Herbert Knauer GmbH
Hegauer Weg 38
14163 Berlin, Germany

Phone: +49 30 809727-0
Telefax: +49 30 8015010
E-Mail: info@knauer.net
Internet: www.knauer.net

